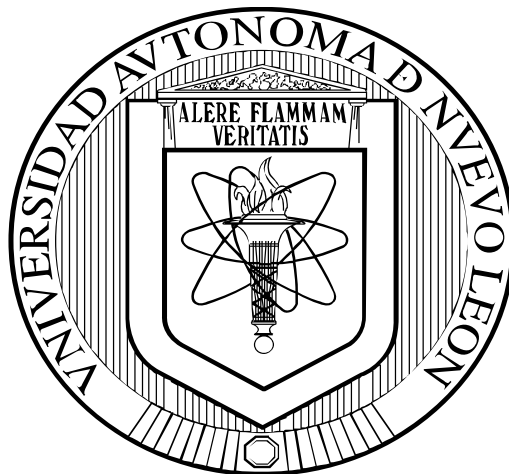


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



TESIS

ESTUDIO DE LOS EFECTOS DEL PROCESO DE FUNDICIÓN EN
LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y MICROESTRUCTURALES DE
UNA ALEACIÓN Ni-Fe-Cr TRABAJADA EN CALIENTE

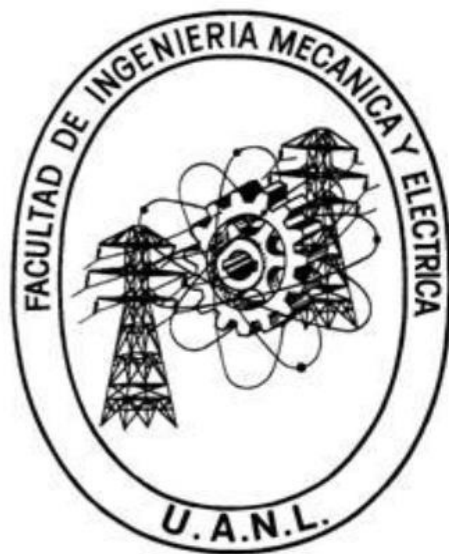
POR

ADRIANA ELOISA GARCÍA CASTILLO

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

MAYO, 2016

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



TESIS

**ESTUDIO DE LOS EFECTOS DEL PROCESO DE FUNDICIÓN EN
LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y MICROESTRUCTURALES DE
UNA ALEACIÓN Ni-Fe-Cr TRABAJADA EN CALIENTE**

POR

ADRIANA ELOISA GARCÍA CASTILLO

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES**

MAYO, 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis **“Estudio de los efectos del proceso de fundición en las propiedades mecánicas y microestructurales de una aleación Ni-Fe-Cr trabajada en caliente”** realizada por la M.C. Adriana Eloisa García Castillo sea aceptada para su defensa como opción al grado de Doctor en Ingeniería de Materiales.

El Comité de Tesis

Asesor

Dra. Maribel de la Garza Garza

Coasesor

Dr. Nelson Federico Garza
Montes de Oca

Coasesor

Dra. Patricia del Carmen
Zambrano Robledo

Coasesor

Dr. Sergio Haro Rodríguez

Coasesor

Dr. Victor Páramo López

Vo.Bo.

Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, N. L., Mayo de 2016

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al Programa Doctoral en Ingeniería de Materiales.

Al CONACYT por el apoyo económico brindado durante mis estudios.

A la empresa FRISA AEROSPACE por permitirme colaborar en este proyecto y por el material proporcionado.

A mi Comité de Tesis por todo el apoyo brindado, sus consejos, confianza y motivación en el desarrollo de este proyecto.

A mis compañeros, amigos y doctores del DIMAT con quienes conviví durante mis estudios de posgrado, por todo el conocimiento transmitido, por su gran apoyo y confianza.

A mi familia y amigos por todo el cariño, comprensión y apoyo incondicional que me brindan día a día.

Y a todos los que de alguna u otra forma me ayudaron, enseñaron, aconsejaron y motivaron para realizar este proyecto...muchas gracias.

DEDICATORIA

A mi familia

CONTENIDO

RESUMEN	10
CAPÍTULO 1	11
INTRODUCCIÓN	11
CAPÍTULO 2	14
ANTECEDENTES	14
2.1 Superalaciones	14
2.1.1 Historia	16
2.1.2 Elementos de aleación y efectos microestructurales en superaleaciones	17
2.2 Superalaciones base Ni-Fe	20
2.2.1 Clasificación de las superaleaciones base Ni-Fe	22
2.2.2 Fases presentes en las aleaciones Ni-Fe	23
2.2.3 Mecanismos de endurecimiento	30
2.2.3.1 Solución sólida	31
2.2.3.2 Endurecimiento por precipitación	32
2.2.4 Formas	37
2.2.5 Procesos de fundición	38
2.2.5.1 Proceso EAF/AOD	39
2.2.5.2 Proceso VIM	41
2.2.5.3 Procesos VAR y ESR	42
2.2.6 Conversión de lingote y productos siderúrgicos	45

	7
2.2.7 Tratamientos Térmicos	46
2.3 HAYNES HR-120	48
CAPÍTULO 3	50
PROCESOS DE CONFORMADO	50
3.1 Introducción	50
3.2 Procesos de conformado por deformación plástica	50
3.3 Forjado	55
3.4 Rolado de anillos	58
3.6 Fenómenos de recuperación	60
CAPÍTULO 4	67
TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	67
4.1 Introducción	67
4.2 Ensayo de compresión	67
4.3 Microscopía	69
4.3.1 Microscopía óptica	69
4.3.2 Microscopía electrónica	70
4.4 Difracción de Rayos X	72
4.5 Ensayo de microdureza Vickers	73
CAPÍTULO 5	74
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	74
5.1 Selección del material	74
5.2 Diseño de experimentos	75
5.3 Ensayos de compresión en caliente	76
5.4 Tratamiento térmico	79
5.5 Preparación de muestras	80

	8
5.5.1 Corte, montaje, desbaste y pulido	80
5.5.2 Ataque químico	81
5.6 Análisis metalográfico	82
5.7 Difracción de Rayos X	82
5.8 Ensayos de microdureza Vickers	83
CAPÍTULO 6	84
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	84
6.1 Caracterización microestructural	84
6.1.1 Análisis microestructural de muestra en condición de vaciado	84
6.1.2 Análisis microestructural en muestras sin tratamiento térmico	85
6.1.3 Análisis microestructural en muestras con tratamiento térmico	86
6.2 Ensayos de compresión en caliente	95
6.3 Ensayos de microdureza Vickers	98
6.3.1 Muestra en condición de vaciado	98
6.3.2 Muestras sin tratamiento térmico vs tratamiento térmico	98
6.4 Difracción de Rayos X	102
CAPÍTULO 7	104
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	104
7.1 Conclusiones	104
7.2 Recomendaciones	106
7.3 Contribución científica y tecnológica	106
LISTA DE FIGURAS	108
LISTA DE TABLAS	116
REFERENCIAS	118
APÉNDICE A	125

APÉNDICE B	129
APÉNDICE C	130
APÉNDICE D	136

RESUMEN

El objetivo general de la presente investigación fue evaluar la condición de vaciado del material HAYNES HR-120 sobre diferentes procesos termomecánicos con el fin de determinar su efecto sobre la microestructura y comportamiento mecánico.

Para alcanzar dicho objetivo, las probetas se ensayaron a cuatro temperaturas (900, 950, 1000 y 1050°C), a un nivel de deformación verdadera de 0.65, y tres velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s $^{-1}$). Las prácticas comúnmente utilizadas en el rolado de anillos sin costura de la aleación HR-120, incluyen trabajo en caliente hasta 1100°C. Debido a lo anterior, se evaluaron los fenómenos que tienen lugar a esta temperatura a tres niveles de deformación (0.25, 0.5 y 0.65) y tres velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s $^{-1}$). Posteriormente, se realizó un tratamiento térmico a una temperatura de 1100°C por un tiempo de 2 horas.

La evolución microestructural, la composición química de las fases y los precipitados presentes, se analizaron mediante Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido. Finalmente, el efecto del tratamiento térmico fue evaluado mediante ensayos de microdureza Vickers.

Los resultados evidenciaron que la condición de vaciado del lingote afecta el comportamiento mecánico de la aleación en pruebas de compresión, pues dificultó la homogenización de la microestructura. Los resultados de estas pruebas mostraron que la muestra con condiciones de 0.5 de deformación, a 1100°C (temperatura a la cual se lleva comúnmente el proceso de rolado de anillos para este material), y 10^{-1} s $^{-1}$ de velocidad de deformación, presenta una morfología de grano más homogéneo y equiaxial en comparación con las muestras ensayadas a esta misma temperatura. Esta muestra presentó una dureza de 233 HV, que representa el valor más alto para el set de pruebas realizadas a dicha temperatura.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

El desarrollo tecnológico es un proceso inherente de todas las sociedades que han existido en la historia del hombre, lo que ha dado pie a importantes avances en la conformación de nuevos materiales para cumplir con los requisitos presentes en cada etapa de la humanidad.

Durante la segunda guerra mundial, la necesidad de cada bando por desarrollar mejores armas y equipos de guerra llevó al descubrimiento de materiales que se conocieron por primera vez como superaleaciones, los cuales presentaban un alto desempeño a elevadas temperaturas, lo que las hacía idóneas para el desarrollo de las turbinas de avión.

Sin embargo, en la actualidad estos materiales son utilizados en diferentes áreas además de la aeroespacial, como la industria de generación eléctrica y la automotriz, por mencionar algunos.

El presente trabajo de investigación tiene como objetivo el estudio de la aleación HAYNES HR-120, base Ni-Fe-Cr endurecida por solución sólida. Dicha aleación presenta una excelente resistencia mecánica a altas temperaturas y al ataque del medio ambiente.

La información existente sobre este material es mínima, razón por la cual, el presente trabajo se enfoca en el estudio de su comportamiento bajo diferentes condiciones de procesamiento.

En el capítulo 2, se describen de forma general los tipos de superaleaciones que existen, haciendo énfasis en las base níquel-hierro.

El capítulo 3 se abordan los procesos de conformado por forjado y rolado, que son utilizados en la fabricación de anillos, los cuales utilizan el material HAYNES HR-120.

Las técnicas de caracterización utilizadas en este trabajo se explican en el capítulo 4. Algunas de las técnicas que fueron empleadas son la Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido, Difracción de Rayos X y microdureza Vickers.

El desarrollo experimental utilizado durante esta investigación se describe en el capítulo 5, mientras que los resultados obtenidos de la experimentación se discuten en el capítulo 6.

Las conclusiones, así como las recomendaciones de la presente investigación son listadas en el capítulo 7.

OBJETIVO GENERAL

Evaluar los efectos de los parámetros de deformación en caliente sobre la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación HAYNES HR-120.

HIPÓTESIS

Es posible controlar el efecto de la segregación en lingotes de una aleación base Ni-Fe-Cr variando los parámetros de procesamiento por conformado en caliente con el fin de mejorar las propiedades mecánicas.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Analizar el comportamiento microestructural y mecánico de la aleación HAYNES HR-120 bajo diferentes condiciones de deformación.
- Evaluar los efectos microestructurales y mecánicos debido al tratamiento térmico realizado después de la deformación en caliente.
- Analizar la evolución de la microestructura así como la formación de precipitados y fases por medio de Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido.
- Determinar las condiciones de deformación en caliente óptimas para trabajar la aleación.

CAPÍTULO 2

ANTECEDENTES

2.1 Superalaciones

Debido a las altas exigencias mecánicas y de seguridad de las industrias aeroespacial y de generación de energía eléctrica, se requiere desarrollar continuamente nuevos materiales que sean cada vez más resistentes, ligeros y seguros para obtener un mayor rendimiento de los componentes utilizados en dichas industrias. Es aquí donde las superaleaciones juegan un papel importante. Lo que las distingue es su desempeño ante temperaturas elevadas. Las propiedades mecánicas de interés son resistencia a cargas estáticas, fatiga, termofluencia, corrosión, oxidación, entre otras, convirtiéndose en la elección natural para aplicaciones con altas temperaturas de funcionamiento.

Las superaleaciones son un grupo de aleaciones de alto rendimiento que, por sus características mencionadas anteriormente, tienen la capacidad de operar bajo condiciones de temperatura superiores a los 540°C (1000°F) por periodos prolongados, sin embargo, algunas pueden operar a temperaturas por arriba del 85% de su temperatura incipiente de fusión (T_f), superando el desempeño de las aleaciones comúnmente utilizadas en ingeniería [1, 2, 3].

Estas singularidades dan a estos materiales un amplio campo de aplicación, pero uno de los ejemplos más significativos de su aplicación se encuentra en sistemas de turbinas, motores a reacción y de cohetes, intercambiadores de calor y plantas de generación de energía eléctrica, en los

que la eficiencia de operación se incrementa junto con el aumento en la temperatura [4-6].

Entre los principales componentes utilizados en turbinas que se manufacturan a partir de superaleaciones se incluyen los anillos, álabes, ruedas de compresor, ejes, cámaras de combustión, piezas de cámaras de postcombustión y pernos de motor [5-6]. La Figura 2.1 muestra los componentes principales de un *Jet Engine*, así como el material utilizado para su fabricación.

Además, algunas superaleaciones se emplean en la fabricación de prótesis dentales y ortopédicas gracias a su gran resistencia mecánica y resistencia a la corrosión. También se utilizan en la industria petroquímica bajo condiciones criogénicas [4].

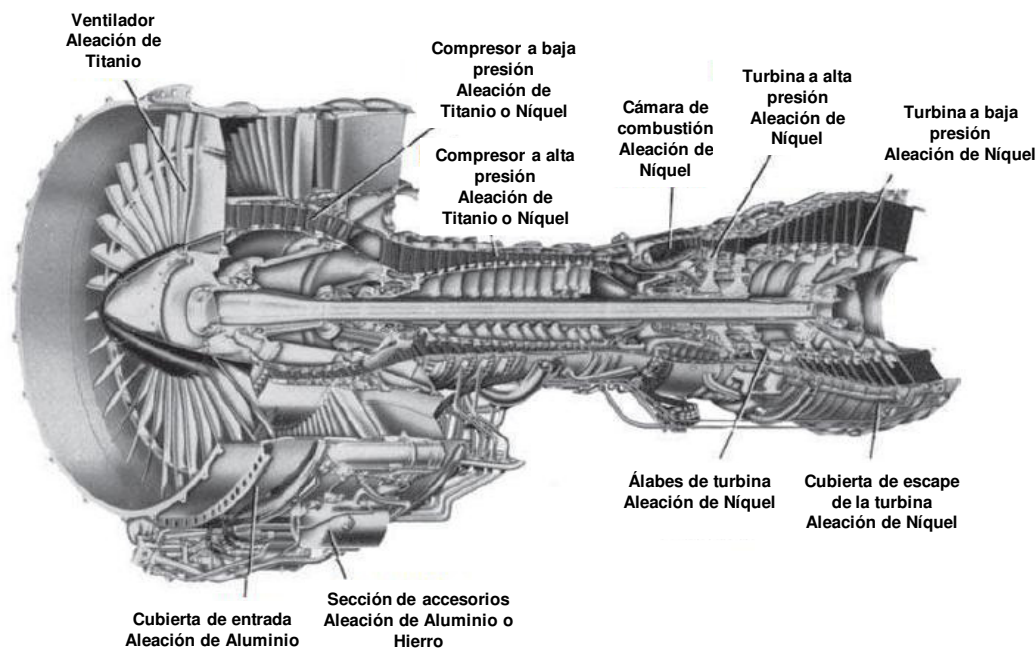


Figura 2.1 Distribución típica de los materiales utilizados en un *Jet Engine*.

Modificada [2].

Estos materiales se clasifican principalmente en tres grupos [4, 7]: base níquel, base níquel-hierro y base cobalto. En general, las aleaciones base níquel son utilizadas para las aplicaciones a mayor temperatura, seguido de las base cobalto y después las base níquel-hierro [3].

El material estudiado y sobre el cual se centra esta investigación, se encuentra clasificado como una aleación base níquel-hierro.

2.1.1 Historia

La necesidad de desarrollar materiales que sean cada vez más resistentes a la degradación mecánica y superficial a altas temperaturas ha sido un problema constante. Durante la segunda y tercera década del siglo XX los aceros inoxidables fueron considerados como una solución para las aplicaciones a altas temperaturas, sin embargo, dichos materiales presentaron limitaciones en sus propiedades mecánicas, razón por la cual los ingenieros metalúrgicos comenzaron a buscar nuevas opciones.

El desarrollo metalúrgico de las superaleaciones comenzó en los años 40, en el marco de la Segunda Guerra Mundial, siendo la turbina de gas el principal impulsor para la investigación de nuevos materiales [4].

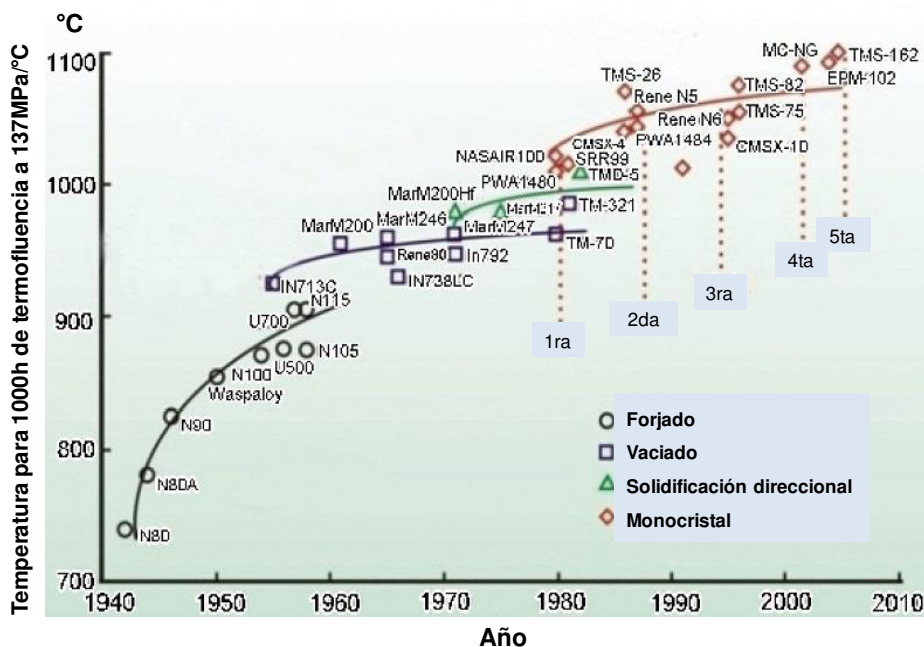


Figura 2.2 Proceso de desarrollo de las superaleaciones a partir de 1940. Modificada [8].

En la Figura 2.2 se relacionan diferentes superaleaciones con la resistencia mecánica que tienen para trabajar a elevadas temperaturas. Se puede apreciar que el proceso de vaciado tiene mayor importancia que el proceso de forjado para los años 60, sin embargo actualmente el proceso que tiene mayor relevancia es el de la producción de monocristales.

2.1.2 Elementos de aleación y efectos microestructurales en superaleaciones

La naturaleza, la forma, el porcentaje y la distribución de los constituyentes de las aleaciones definen la microestructura del material en cuestión. La microestructura, consecuencia de las reacciones en estado sólido generadas entre las fases existentes, es responsable de las propiedades físicas, químicas y mecánicas del material. Sin embargo, un amplio porcentaje de sus propiedades mecánicas óptimas se consiguen a través del proceso de conformado [4, 9-10].

Cada uno de los grupos de superaleaciones tienen diferentes elementos en su composición química que generan distintos efectos, en la TABLA 2.1 se pueden observar los rangos de composición de los elementos principales, mientras que la muestra el efecto que tienen algunos elementos de aleación en las superaleaciones.

TABLA 2.1 Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones. Modificada [4].

Elemento	Rango (%)	
	Base Fe-Ni y Ni	Base Co
Cr	5 - 25	19 - 30
Mo, W	0 - 12	0 - 11
Al	0 - 6	0 - 4.5
Ti	0 - 6	0 - 4
Co	0 - 20	...
Ni	...	0 - 22
Nb	0 - 5	0 - 4
Ta	0 - 12	0 - 9
Re	0 - 6	0 - 2

TABLA 2.2 Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones Modificada [4].

Efecto(a)	Base Hierro	Base Cobalto	Base Níquel
Endurecedores por solución sólida	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Estabilizadores matriz CCC	C, W, Ni	Ni	...
Carburos:			
MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
M ₇ C ₃	...	Cr	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr	Cr	Cr, Mo, W
M ₆ C	Mo	Mo, W	Mo, W, Nb
Carbonitruros: M (CN)	C, N	C, N	C, N
Promueve la precipitación de carburos	P
Formadores de γ' Ni ₃ (Al, Ti)	Al, Ni, Ti	...	Al, Ti
Retardan la formación de η hexagonal (Ni ₃ Ti)	Al, Zr
Incrementa la temperatura de solución de γ'	Co
Precipitados e intermetálicos endurecedores	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(b), W, Ta	Al, Ti, Nb
Resistencia a la oxidación	Cr	Al, Cr	Al, Cr, Y, La, Ce
Mejoran la resistencia a la corrosión en caliente	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Resistencia a la sulfuración	Cr	Cr	Cr, Co, Si
Mejoran la resistencia a la termofluencia	B	...	B, Ta
Incrementan la resistencia a la ruptura	B	B, Zr	B(c)
Refinadores de tamaño de grano	B, C, Zr, Hf
Facilita el procesamiento	...	Ni ₃ Ti	...
Retarda el crecimiento de γ'	Re

(a) No todos estos efectos se producen necesariamente en una aleación dada. (b) Endurecimiento por precipitación de Ni₃Ti también se produce si hay suficiente Ni. (c) Si se presenta en grandes cantidades se forman boruros.

2.2 Superalaciones base Ni-Fe

El desarrollo de las superaleaciones base níquel-hierro se deriva de los aceros inoxidable austeníticos. Inicialmente se encontró que las aleaciones de hierro-níquel-cromo presentaron un envejecimiento por endurecimiento debido a la adición de pequeñas cantidades (menor al 2% en peso) de titanio. Estas aleaciones mostraron una gran resistencia mecánica y mantenían sus propiedades a temperaturas elevadas.

Las primeras aleaciones que surgieron fueron la aleación alemana Tinidur, la británica G18B y las estadounidenses 19-9DL y A-286. Dichas aleaciones se caracterizaban por una gran concentración de hierro, baja de níquel y por una mínima fracción volumétrica de precipitados.

En sus inicios, el desarrollo de aleaciones estuvo limitado en mayor medida por los procesos de fundición y forjado. Un avance importante fue el desarrollo de la fusión por inducción al vacío (VIM, por sus siglas en inglés), que permitía la retención de los elementos más reactivos, como el titanio y aluminio. La tendencia general en el desarrollo evolutivo de las primeras aleaciones hasta llegar a las de hoy en día, fue un alto contenido de níquel, menor contenido de hierro, un aumento de elementos de endurecimiento por solución sólida, y niveles mayores de titanio y aluminio para proporcionar mayores fracciones volumétricas de precipitados. El Incoloy 901 representa una aleación rica en níquel que emergió con esta tendencia de desarrollo.

La identificación del niobio como elemento para producir el endurecimiento por precipitación, ha guiado el desarrollo de aleaciones tales como Inconel 718 y 706, que cuentan con propiedades mecánicas que exceden por mucho a las que tenían sus antecesoras. Las aleaciones Incoloy 903 y 909, introducidas recientemente, cuentan con una combinación de buenas propiedades a altas temperaturas y un bajo coeficiente de expansión térmica.

Las aleaciones base níquel-hierro obtienen sus propiedades a temperaturas elevadas a partir de la combinación de sus elementos de aleación y mecanismos de endurecimiento. Estas aleaciones cuentan con varias características en común con respecto a su composición química, las cuales incluyen: (1) una matriz austenítica base níquel y hierro, (2) elementos de aleación que endurecen la austenita por solución sólida, (3) elementos de aleación que forman los precipitados endurecedores (intermetálicos ordenados, carburos, boruros, etc.), y (4) elementos de aleación que endurecen o de lo contrario modifican la frontera de grano.

Los principales elementos de aleación que pueden estar presentes en las superaleaciones base níquel se pueden observar en la Figura 2.3, en donde la altura de los bloques indica la cantidad de cada elemento que puede presentarse en las superaleaciones [4].

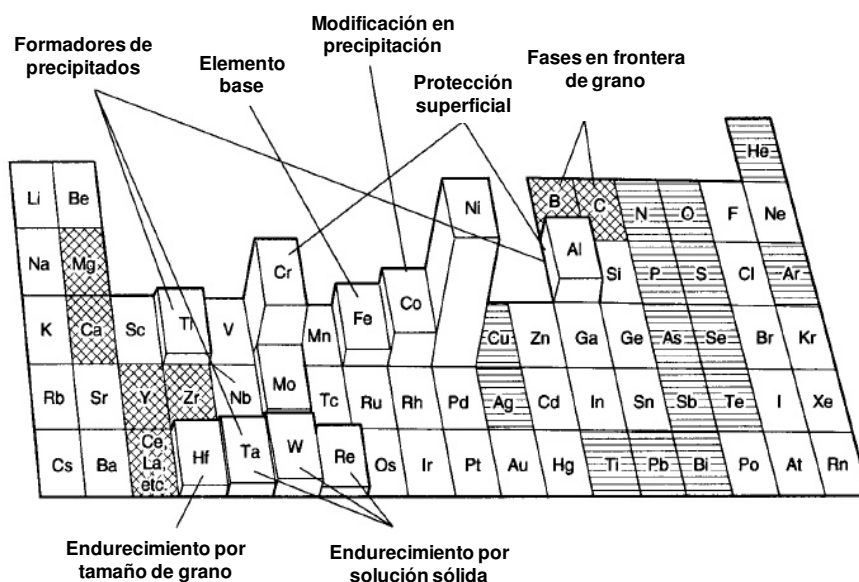


Figura 2.3 Elementos utilizados en superaleaciones base níquel. Los elementos benéficos de menor concentración están marcados con un patrón de líneas cruzadas, mientras que los perjudiciales tienen un patrón horizontal. Modificada [4].

2.2.1 Clasificación de las superaleaciones base Ni-Fe

Las aleaciones base níquel-hierro pueden ser clasificadas en cuatro grupos que se distinguen entre sí por su composición y mecanismos de endurecimiento. El primer grupo incluye aleaciones endurecidas por gamma prima (γ'), cuya estructura cristalina es cúbica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés). Este grupo puede ser subdividido en dos grupos más: el subgrupo rico en hierro, que incluye las aleaciones Tinidur, V-57 y A-286, las cuales contienen bajos niveles de níquel (25-35% en peso) y dependen predominantemente de adiciones de titanio (menor al 2% en peso) para el endurecimiento por precipitación. Estas aleaciones exhiben buenas propiedades mecánicas hasta una temperatura aproximada de 650°C. El segundo subgrupo se caracteriza por su alto nivel de níquel (superior al 40% en peso), mayores niveles de endurecedores por solución sólida y mayores fracciones volumétricas de precipitados. Las aleaciones pertenecientes a este grupo son el Incoloy 901 e Inconel X-750. Este grupo exhibe mejores niveles de dureza en comparación con las aleaciones ricas en hierro y pueden ser utilizadas a mayores temperaturas.

El segundo grupo de aleaciones es el rico en níquel y predominantemente endurecido por gamma segunda (γ''), su estructura cristalina es tetragonal centrada en el cuerpo (BCT, por sus siglas en inglés) e incluye las aleaciones Inconel 718 y 706. El descubrimiento de gamma segunda y las excepcionales características que imparte en las propiedades, la clasifica como una importante contribución a la metalurgia de las superaleaciones base níquel-hierro. Este grupo de aleaciones ofrece altos niveles de rendimiento desde temperaturas criogénicas hasta los 650°C.

El tercer grupo de aleaciones se basa en el sistema níquel-hierro-cobalto endurecido por gamma prima (γ'), que combina una alta resistencia con un bajo coeficiente de expansión térmica. Incoloy 903 y 909 son aleaciones

predominantes en este grupo, las cuales obtienen su baja expansión térmica a través de la eliminación de estabilizadores de ferrita, tales como cromo y molibdeno. Estas aleaciones ofrecen una excelente resistencia a temperaturas aproximadas a 650°C, sin embargo, la ausencia de cromo reduce significativamente la resistencia a la oxidación.

El cuarto grupo de aleaciones es endurecido por carburos, nitruros y/o carbonitruros e incluye las aleaciones 16-25-6, HMN y la serie CRMD. Estas aleaciones son utilizadas aproximadamente a 815°C. Este grupo también incluye aleaciones con poca o nula capacidad de endurecerse por precipitación, como por ejemplo Hastelloy X y N155. Estas aleaciones se emplean principalmente en aplicaciones de bajo esfuerzo aproximadamente a 1093°C, en donde la resistencia a la oxidación es el requerimiento más importante.

2.2.2 Fases presentes en las aleaciones Ni-Fe

Todas las superaleaciones base níquel-hierro exhiben similitudes fundamentales; contienen una matriz austenítica, cuentan con elementos endurecedores por solución sólida que generan una variedad de efectos en la aleación, y son endurecidas por fases ordenadas y precipitados en la frontera de grano [11]. A continuación se describen cada una de estas fases.

- **Matriz Austenítica (γ)**

La matriz austenítica posee una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (Figura 2.4). El contenido de níquel en la matriz austenítica de las aleaciones níquel-hierro es menor al 35% en peso para las aleaciones bajas en níquel y mayor al 40% en peso para las ricas en níquel. La relación níquel-hierro juega un papel importante en la determinación de las características de la aleación, ya que afecta los costos de ésta y el rango de temperaturas de trabajo. Como la mayoría de las aleaciones contienen relativamente poco

carbono (menor al 0.10 %) y grandes cantidades de estabilizadores de ferrita (cromo y molibdeno), el nivel mínimo de níquel requerido para mantener la matriz austenítica es de aproximadamente 25% en peso. La adición de cobalto o algún otro estabilizador austenítico puede reducir esta demanda. La matriz rica en hierro carece de la estabilidad con la que cuentan las matrices ricas en níquel. Al aumentar la relación níquel-hierro, la resistencia a la oxidación y a la corrosión se ven afectadas. Por otra parte, altos niveles de hierro disminuyen el costo de la aleación y mejoran la capacidad de ésta al forjado.

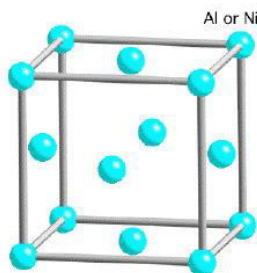
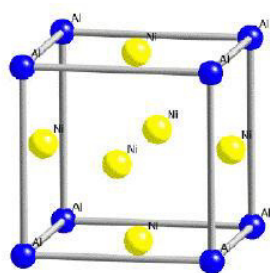


Figura 2.4 Estructura cristalina de la matriz austenítica (γ) [13].

- **Gamma Prima (γ')**

La precipitación de la fase gamma prima predomina en las aleaciones base níquel-hierro, tales como A-286 e Incoloy 901. Posee una estructura cristalina cúbica centrada basada en el Ni_3Al (Figura 2.5). Esta fase es un compuesto intermetálico que es estable en un rango muy estrecho de composiciones, y tiene notables propiedades que le permiten proveer a las superaleaciones base níquel-hierro y base níquel una resistencia a altas temperaturas [14-17].

El cambio en la morfología de esta fase está relacionado con el desajuste entre el precipitado y la matriz. Se ha visto que la fase gamma prima tiende a precipitar en forma esférica en un rango de desajuste de 0 a $\pm 0.2\%$, cúbica para desajustes de ± 0.5 a 1% (Figura 2.5b), y laminar para desajustes de $\pm 1.25\%$ [4, 18-20].



a)



b)

Figura 2.5 a) Estructura cristalina de la fase gamma prima (γ'). Los átomos de níquel están localizados en el centro de las caras y los átomos de aluminio en las aristas [13] y b) Fase γ' en aleación U-700 tratada térmicamente. Magnificación 6000X [4].

- **Gamma segunda (γ'')**

La precipitación de la fase gamma segunda, cuya estructura cristalina es tetragonal centrada en el cuerpo (Figura 2.6), predomina en aleaciones níquel-hierro endurecidas a través de adiciones de niobio. El contenido de aluminio debe mantenerse bajo para favorecer la precipitación de gamma segunda, ya que el niobio tiene una alta solubilidad en Ni_3Al . La fase gamma segunda se precipita regularmente junto con gamma prima en la aleación Inconel 718, pero gamma segunda es la fase principal de endurecimiento. La formación de esta fase ha sido estudiada por numerosos investigadores [21-25].

Varios investigadores han reportado la morfología del precipitado gamma segunda en la aleación Inconel 718 como forma de disco (Figura 2.6). Después de un tratamiento térmico comercial, el precipitado tiene un diámetro de disco promedio de 600 Å y un espesor entre 50-90 Å [4, 11].

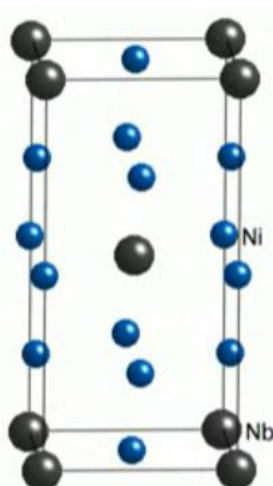


Figura 2.6 a) Estructura cristalina de la fase gamma segunda (γ'') [13].

- **Eta (η)**

Las superaleaciones base níquel-hierro endurecidas por gamma prima son susceptibles a la formación de la fase eta, la cual se desarrolla durante el forjado o tratamiento térmico y durante un largo periodo de servicio. Las morfologías que presenta pueden ser del tipo Widmanstätten o celular en la frontera de grano. Un adecuado procesamiento de la aleación (forjado y tratamiento térmico) puede formar una pequeña cantidad de eta, lo que ayudaría a tener un mejor control de la microestructura.

La forma Widmanstätten de la fase eta está asociada con la pérdida de resistencia y también en pérdida de ductilidad. La temperatura exacta a la que ocurre la fase eta está estrechamente relacionada con el nivel de titanio y la composición química de la aleación [26-28].

- **Delta (δ)**

Las aleaciones níquel-hierro que son endurecidos por gamma segunda son susceptibles a la formación de precipitados Ni_3Nb con estructura cristalina ortorrómbica.

La formación de grandes cantidades de la fase delta durante largos periodos de operación de los componentes, llevará a la degradación de las propiedades de la aleación; esto como resultado de la combinación de la pérdida de niobio en la matriz y el engrosamiento en la fase gamma segunda. La exposición a temperaturas superiores a los 650°C debe evitarse, ya que la cinética de esta transformación se incrementa rápidamente a dichas temperaturas. Se ha observado que a altas concentraciones de silicio y niobio y un bajo nivel de aluminio se impulsa la formación de la fase delta. Un cuidadoso tratamiento térmico es necesario para asegurar la precipitación gamma segunda en lugar de delta [29-32].

- **Carburos**

Todas las aleaciones contienen pequeñas cantidades de carbono, el cual en combinación con otros elementos de aleación, produce una red de partículas finas y estables de carburo. Estos carburos no se modifican durante el forjado, tratamiento térmico o por uso prolongado a altas temperaturas (815°C) [11, 33-34].

Los carburos tienen tres funciones principales:

1. Cuando se forman en las fronteras de grano, endurecen dichas fronteras, previniendo o retardando el deslizamiento entre los granos.
2. Incrementan la resistencia cuando precipitan como partículas finas en la matriz, esto es de suma importancia cuando la aleación no puede ser endurecida por γ' .
3. Pueden restringir algunos elementos que pudieran producir inestabilidad de fase durante el uso de los componentes.

Debido a que los carburos son más duros y más frágiles que la matriz, su distribución a lo largo de las fronteras de grano tiene efecto en la resistencia a

alta temperatura, ductilidad y termofluencia en las aleaciones base níquel. Existe una cantidad y distribución óptimas de carburos a lo largo de la frontera de grano. Si no existieran carburos a lo largo de las fronteras de grano, se formarían huecos que contribuirían a un deslizamiento excesivo de las fronteras de grano. Sin embargo, si se presentara una película continua de carburos a lo largo de las fronteras de grano, se produciría una trayectoria continua, generando como resultado, un efecto de fragilidad.

Por lo tanto, la distribución óptima de carburos a lo largo de las fronteras de grano es una cadena discontinua, ya que los carburos impedirán el deslizamiento entre los granos sin reducir la ductilidad.

Los carburos que se presentan principalmente en las superaleaciones son [2, 4, 11]:

1. Los carburos MC generalmente se forman justo por debajo de la temperatura de solidificación, exhibiendo una morfología globular o irregular. Están distribuidos de forma heterogénea a través de la aleación, tanto en posiciones intergranulares y transgranulares. La forma globular de estos carburos es benéfica para las propiedades del material y promueve una buena resistencia a la ruptura y buena ductilidad. Sin embargo, se deben prevenir las películas de este tipo de carburos durante el procesamiento o uso, ya que pueden causar fragilidad. Estos carburos tienden a descomponerse durante los tratamientos térmicos en carburos más estables como $M_{23}C_6$ y/o M_6C .
2. Los carburos $M_{23}C_6$, donde M por lo general es cromo, pueden presentarse en forma de películas, globular, laminar y celular. Se forman principalmente en las fronteras de grano durante el procesamiento, tratamiento térmico o uso a temperaturas entre 760 y hasta 982°C por medio de la degradación de carburos MC y por el

carbono residual soluble disponible en la matriz. La distribución óptima de carburos $M_{23}C_6$ es una cadena de partículas discretas en forma globular en las fronteras de grano. Esta forma beneficia a la resistencia a la ruptura por termofluencia. Los carburos $M_{23}C_6$ en forma celular, desarrollados por un procesamiento no adecuado, causan sensibilidad a los esfuerzos de ruptura en muescas.

3. Los carburos M_6C se forman cuando el contenido de molibdeno y tungsteno es alto, típicamente en un rango de temperatura de 816 a 982°C (posiblemente hasta 1038°C). Pueden precipitar en forma de bloques en las fronteras de grano, y con menos frecuencia, en una morfología intragranular Widmanstätten.

Varias superaleaciones base níquel forman este tipo de carburos a partir de la solidificación y/o tratamiento térmico; pocas aleaciones base níquel-hierro contienen suficiente molibdeno para formar esta fase, sin embargo, varios investigadores han identificado carburos M_6C en las fronteras de grano del Inconel 718 (el cual contiene 3% Mo).

- **Boruros**

El boro se agrega en pequeñas cantidades a las superaleaciones para retardar la formación de la fase eta, así como para mejorar las propiedades de ruptura por esfuerzo o termofluencia. Los boruros son duros, frágiles y precipitan en las fronteras de grano; grandes cantidades de boro son dañinas para este tipo de aleaciones.

- **Fases secundarias**

Las superaleaciones base níquel-hierro tienden a la formación de las fases G, σ , μ y Laves, conocidas como fases topológicamente compactas (TCP,

por sus siglas en inglés). La formación de estas fases generalmente da como resultado un efecto de fragilidad. Controlando la composición química, el tratamiento térmico y las temperaturas de trabajo, se puede evitar la formación de estas fases [7].

Al aumentar la cantidad de niobio, titanio y silicio en las aleaciones níquel-hierro se promueve la generación de la fase Laves, mientras que el incremento de boro y zirconio minimiza su formación así como también la de μ . Se ha demostrado que la fase G, la cual es una fase cúbica compleja de níquel, titanio y silicio, reduce la resistencia a la ruptura de la aleación A-286. Controlando el contenido de cromo y molibdeno se puede evitar la formación de la fase sigma (Figura 2.7).

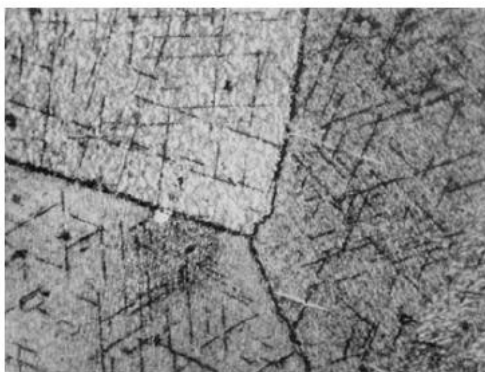


Figura 2.7 Fase sigma después de un tratamiento térmico de 3000 horas en la superaleación base níquel U-700. Diferentes temperaturas de exposición fueron utilizadas; probablemente fue expuesta a 816°C (1500°F). Reactivo Kalling; 400X.

Modificada [4].

2.2.3 Mecanismos de endurecimiento

Las aleaciones base níquel-hierro obtienen sus propiedades a temperaturas elevadas a partir de la combinación de sus elementos de aleación y mecanismos de endurecimiento, que incluyen el endurecimiento por solución sólida y por precipitación.

2.2.3.1 Solución sólida

La mayoría de los metales utilizados en ingeniería se combinan con otros metales o no metales para mejorar sus propiedades mecánicas. La adición de uno o más elementos al metal puede aumentar la resistencia del material por la formación de una solución sólida, este proceso se conoce como endurecimiento por solución sólida [5, 35].

Una solución sólida es un sólido que contiene una mezcla de dos o más elementos que están dispersos atómicamente y forman una estructura de una sola fase. En general, hay dos clases de soluciones sólidas: sustitucionales e intersticiales.

En las soluciones sólidas sustitucionales formadas por dos elementos, los átomos del soluto pueden sustituir a los átomos del solvente en las posiciones de la red cristalina (Figura 2.8a). La estructura cristalina del elemento mayoritario o solvente permanece inalterada, pero la red puede distorsionarse por la presencia de los átomos del soluto.

La fracción de átomos de un elemento que puede disolverse en otro puede variar desde 1% atómico hasta 100%. Las siguientes condiciones favorecen la solubilidad de un elemento en otro:

1. Los diámetros de los átomos de los elementos no deben diferir más de 15%, dado que la red atómica cristalina puede soportar tan sólo una cantidad limitada de expansión o contracción.
2. Las estructuras cristalinas de los elementos tienen que ser las mismas para que los elementos tengan una solubilidad total en estado sólido en todas las proporciones.

Es el principal tratamiento térmico para hacer resistentes las aleaciones de aluminio, cobre, magnesio, níquel y otros metales no ferrosos [5].

Existen ciertas condiciones generales para determinar en qué forma las características de la matriz y del precipitado afectan las propiedades generales de la aleación [36]:

1. La matriz debe ser blanda y dúctil, y el precipitado duro y frágil. El precipitado interfiere con el deslizamiento, siendo que la matriz proporciona al menos cierta ductilidad.
2. El precipitado duro y frágil debe ser discontinuo, y la matriz blanda y dúctil. Este arreglo capacita a la matriz para impedir las grietas que se forman más fácilmente en el precipitado frágil.
3. Las partículas del precipitado deben ser pequeñas y numerosas, incrementando la posibilidad de que interfieran con el proceso de deslizamiento.
4. Las partículas del precipitado deben ser redondas en lugar de puntiagudas o afiladas. La forma redondeada es menos propensa a iniciar una grieta o actuar como muesca.
5. Grandes cantidades del precipitado incrementan la resistencia de la aleación.

El proceso del endurecimiento por precipitación consiste en tres pasos, que se ilustran en la Figura 2.9 [36-37]:

Paso 1: Tratamiento de solución o solubilizado. Inicialmente la aleación se calienta a una temperatura mayor que la de solvus y se sostiene hasta que se produce una solución sólida homogénea α . Este paso disuelve el precipitado θ y

reduce cualquier segregación presente en la aleación original. El rango de temperaturas para el solubilizado de las superaleaciones es de 900 a 1150°C por periodos de 1 a 4 horas.

Paso 2: Templado. Después del solubilizado, la aleación, que sólo contiene α en su estructura, se enfría rápidamente o se temple. Los átomos no tienen tiempo de difundirse a lugares potenciales de nucleación y entonces se forma la fase θ . Después del templado, la estructura aún contiene sólo α . La fase α es una solución sólida sobresaturada.

Paso 3: Envejecimiento. Finalmente, la fase α sobresaturada se calienta a una temperatura menor que la de solvus. A esta temperatura, los átomos son capaces de difundirse a distancias cortas. Debido a que la fase α sobresaturada no es estable, los átomos adicionales se difunden hacia numerosos sitios de nucleación, originando la formación y crecimiento de un precipitado. Finalmente, si se mantiene la aleación durante un tiempo suficiente a la temperatura de envejecimiento, se produce el equilibrio entre la estructura α y θ . El rango de temperatura para el envejecimiento de las superaleaciones es de 620 a 870°C por periodos de 4 a 24 horas. El proceso de doble envejecimiento es comúnmente utilizado para aumentar la resistencia y desarrollar la mejor combinación de resistencia a la tensión en periodos cortos y resistencia a la termofluencia en periodos largos [4].

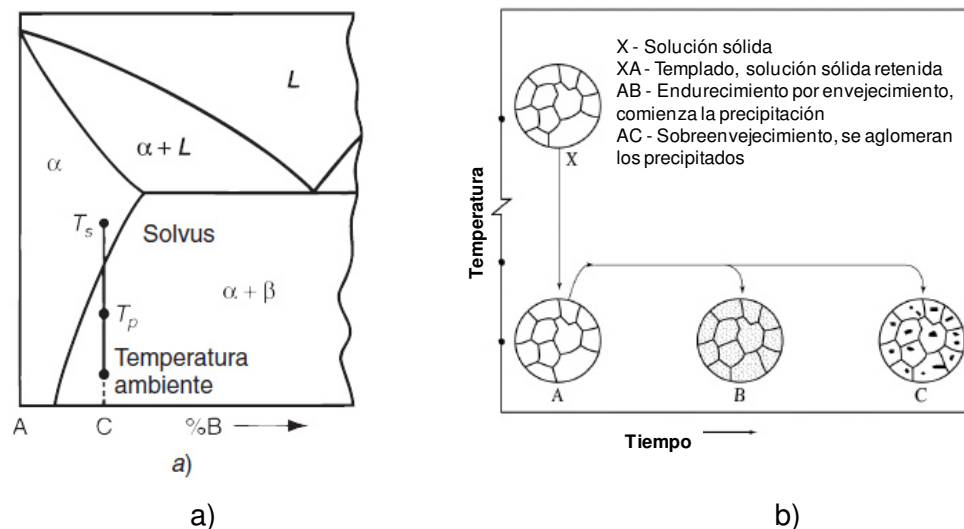


Figura 2.9 a) Diagrama de fase de un sistema de aleación formada por los metales A y B que pueden endurecerse por precipitación [5]; y b) Microestructuras desarrolladas durante el proceso de endurecimiento por precipitación. Modificada [38].

Cuando el envejecimiento se realiza a temperatura ambiente, se utiliza el término envejecimiento natural; mientras que para temperatura elevada se usa frecuentemente el término envejecimiento artificial [5, 36].

Durante el paso del envejecimiento se logra una alta resistencia y dureza en la aleación. La combinación del tiempo y temperatura en el proceso de precipitación es crítica para lograr las propiedades deseadas en la aleación. El efecto se muestra en la Figura 2.10. A temperaturas elevadas en el tratamiento por precipitación, como en el caso de (a), la dureza se eleva en un tiempo relativamente corto; mientras que a bajas temperaturas, como en (b), se requiere más tiempo para endurecer la aleación, pero su máxima dureza será probablemente más grande que en el primer caso. La continuación del proceso de envejecimiento como se observa en la gráfica, da por resultado de una reducción en las propiedades de dureza y resistencia. A esta reducción se le da el nombre de sobreenvejecimiento [5].

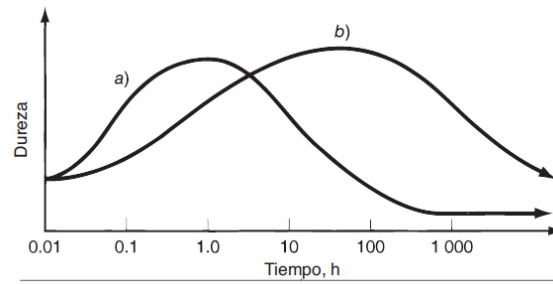


Figura 2.10 Efecto de la temperatura y el tiempo durante el endurecimiento por precipitación (envejecimiento): a) alta temperatura de precipitación y b) baja temperatura de precipitación [5].

Una ventaja importante del endurecimiento por precipitación o envejecimiento es que se puede utilizar para elevar el límite de cedencia de muchos materiales metálicos mediante tratamientos térmicos relativamente simples, sin causar cambios importantes en la densidad.

El endurecimiento por precipitación tal vez sea uno de los primeros ejemplos de materiales nanoestructurados cuyo uso ha encontrado una extensa aplicación [37].

2.2.4 Formas

Las superaleaciones son empleadas en formas que se producen por medio de vaciado, extrusión, rolado, forjado y metalurgia de polvos, como se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 2.11.

Las superaleaciones que han pasado por un proceso de forja tienen un tamaño de grano que es normalmente más fino y uniforme; también muestran propiedades de fatiga y de tensión superiores, mientras que las superaleaciones por vaciado presentan mayor segregación y un tamaño de grano más grueso. Sin embargo, estas últimas tienen una mayor resistencia a la termofluencia y al esfuerzo de ruptura.

De acuerdo a lo anterior, las superaleaciones forjadas representan la opción más adecuada en aplicaciones en donde la resistencia a la tensión y a la fatiga es importante, por ejemplo en los discos. Por otro lado, las superaleaciones vaciadas son adecuadas en donde la resistencia a la termofluencia y al esfuerzo de ruptura se vuelve crucial, como en los álabes de una turbina.

Algunas superaleaciones cuentan con una gran cantidad de elementos de aleación, lo que impide que sean utilizadas en procesos de forja. Así que, se puede decir que entre mayor sea la resistencia al calor, la superaleación es más propensa a presentar segregación y fragilidad y por lo tanto, puede ser formada por metalurgia de polvos [2].

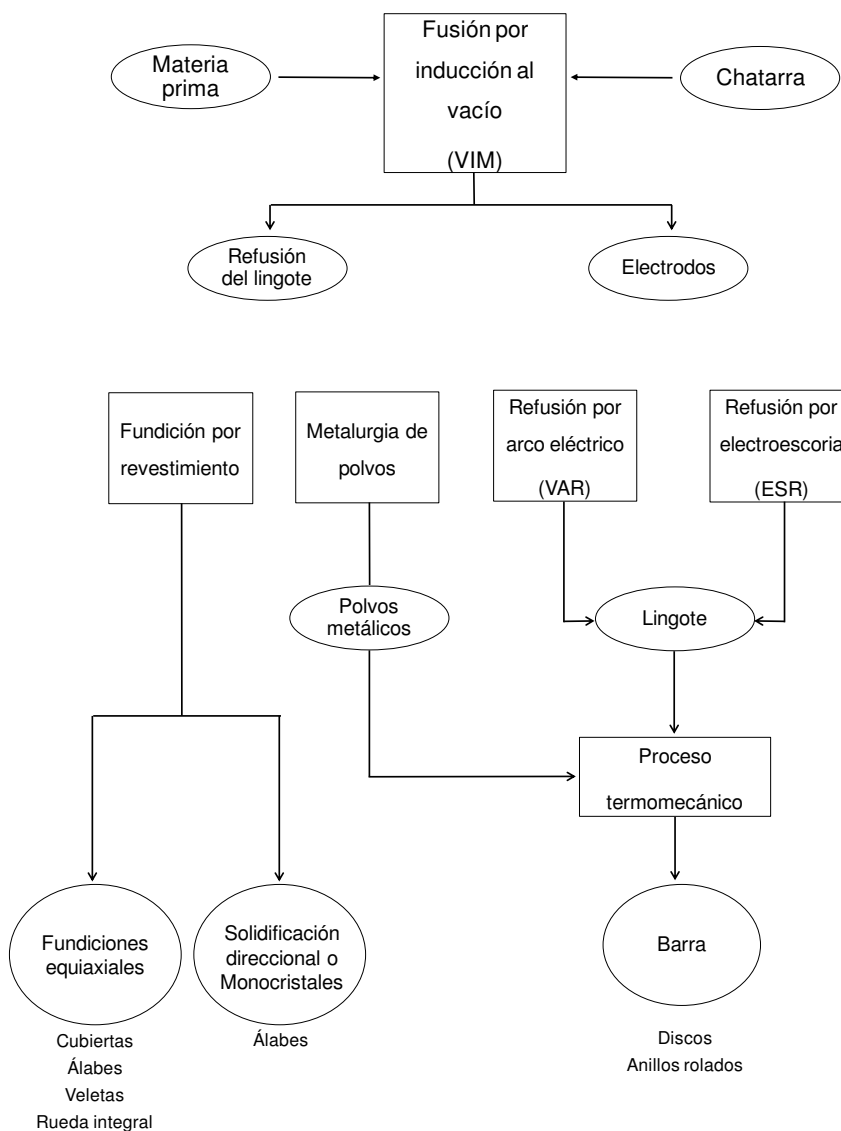


Figura 2.11 Diagrama de flujo del procesamiento de superaleaciones. Modificada [2].

2.2.5 Procesos de fundición (Manufacturing)

Las superaleaciones trabajadas mecánicamente son fabricadas partiendo de procesos de fusión, como el horno de arco eléctrico seguido por la descarburación con oxígeno y argón (EAF/AOD, por sus siglas en inglés) y la fusión por inducción al vacío (VIM, por sus siglas en inglés). Posteriormente se realiza una refusión para quitar impurezas que no pueden ser eliminadas en la fusión. La fusión por electroescoria (ESR, por sus siglas en inglés) y la fusión

por arco eléctrico (VAR, por sus siglas en inglés) son ejemplos de procesos de refusión.

Después de la fundición, se sigue un proceso de homogenización y trabajo en caliente para obtener la composición y microestructura deseadas, resultando una palanquilla (billet) que es la materia prima de la forja [2].

2.2.5.1 Proceso EAF/AOD

El proceso EAF/AOD fue desarrollado en los años 60 para la fusión de aleaciones ferrosas con alto contenido de cromo, lo que son los aceros inoxidable. Existen dos equipos involucrados en este proceso, el horno de arco eléctrico (EAF) y el contenedor para la descarburación con oxígeno y argón (AOD).

En el horno se carga chatarra de hierro y de acero seleccionada por su composición, junto con elementos de aleación y piedra caliza (fundente). La fuente de calor es un arco eléctrico continuo que se produce entre los electrodos y la carga de metal (Figura 2.12). Los tiempos promedios para la fundición en el EAF/AOD es de 3 horas [4].

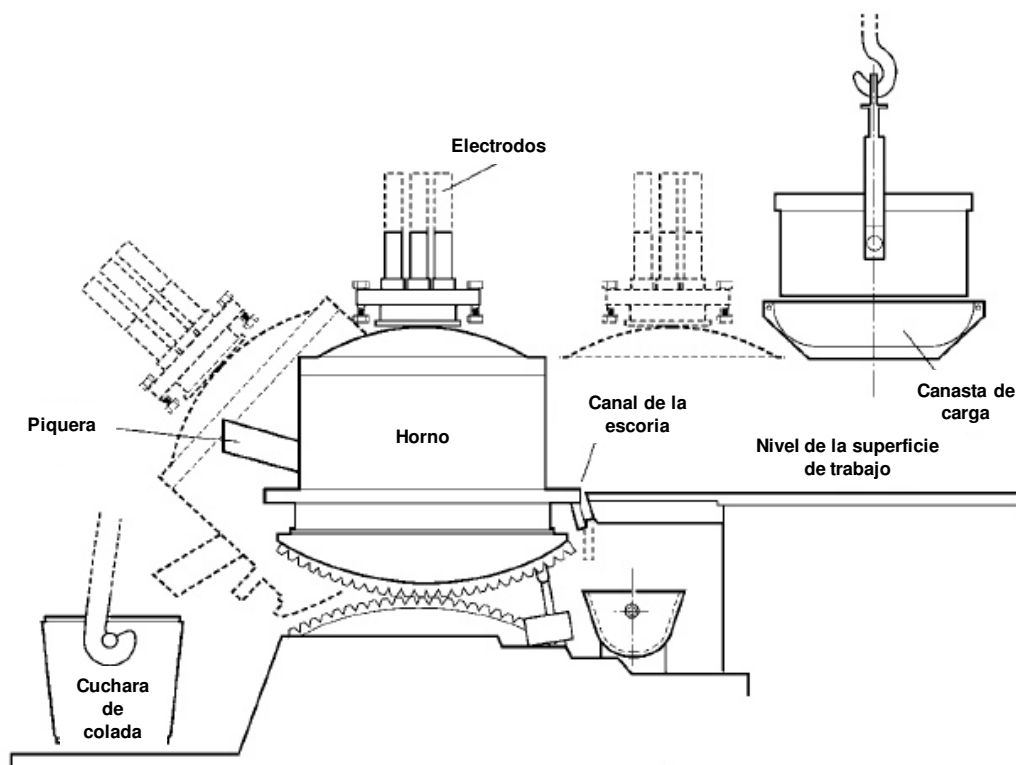


Figura 2.12 Esquema del horno de arco eléctrico. Modificada [4].

Después de la fusión se agrega carbonato de calcio (CaO) al material para la formación de la escoria, que reducirá el sulfuro de la fundición. Por medio de lanzas presurizadas se introduce oxígeno debajo de la superficie del material fundido, generando una reacción con el carbono, silicio y aluminio contenido en el material, removiéndolos hacia la escoria producida con el carbonato de calcio.

Los procesos de oxidación y desulfuración generan una gran cantidad de escoria. La escoria producida es removida a través de una abertura ubicada en la parte posterior del horno de arco eléctrico y es recolectada en un recipiente que se encuentra debajo de dicha abertura. Cuando se logra la química deseada, el metal fundido se vierte en la cuchara de colada del AOD.

El metal fundido sigue el proceso en el AOD. En la parte inferior del contenedor se ubica una tobera que inyecta argón y oxígeno para la refinación del metal.

Las razones principales por las que cuales es conveniente utilizar un proceso EAF/AOD en lugar de algún proceso de vacío son los bajos costos de la materia prima y menores tiempos de fundición.

2.2.5.2 Proceso VIM

En el proceso VIM, el metal es procesado bajo condiciones de vacío en un crisol calentado por inducción (Figura 2.13). El VIM es utilizado como el proceso de fusión inicial para la reducción de gases intersticiales y permitir el incremento de los elementos reactivos de endurecimiento en niveles más controlables, así como también eliminar el problema de la escoria inherente en los procesos de fusión abiertos al ambiente. Una vez que el material ha pasado por el proceso inicial de fusión por inducción al vacío, las aleaciones son fundidas nuevamente mediante VAR o por ESR.

El objetivo es obtener la composición deseada en la aleación. Generalmente, la carga se divide en 3 partes: la primera está compuesta por material virgen, esto es material que nunca ha sido fundido mediante técnicas al vacío; una segunda parte de material refractario que consiste de elementos altamente oxidantes (normalmente titanio y aluminio) y tienen la tendencia de incrementar la solubilidad de óxidos y nitruros en la carga de material virgen; y por último, una parte de chatarra.

Si se comparan los procesos de fusión abiertos al ambiente con el proceso VIM, éste último reduce considerablemente los contenidos de oxígeno y nitrógeno. Por consiguiente, la pureza en las superaleaciones de fusión en vacío es mucho mayor que en las producidas por el proceso EAF/AOD.

En caso que el lingote vaya a ser utilizado en condición de vaciado, entonces la fusión VIM puede ser el único proceso de fundición por el que el material deba pasar. Sin embargo, si se desea trabajar el lingote en caliente, éste debe pasar por un proceso secundario de fusión. Este proceso secundario debe realizarse porque normalmente el material que se obtiene a partir de VIM tiene un tamaño de grano no deseado, y segregación de los elementos de aleación que restringen el trabajo en caliente durante el forjado.

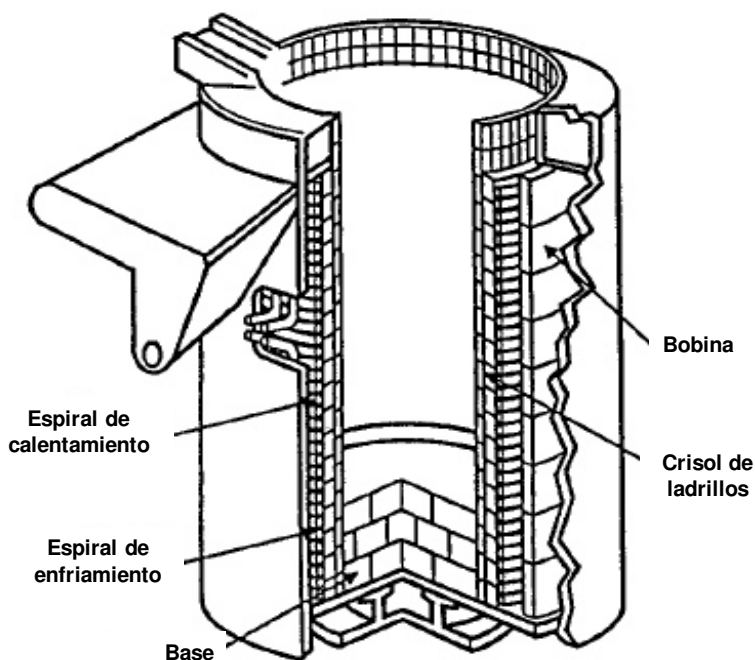


Figura 2.13 Esquema del horno de fusión por inducción al vacío. Modificada [4].

2.2.5.3 Procesos VAR y ESR

Los procesos VAR y ESR son utilizados para continuar con el refinamiento del lingote después de una fusión por VIM.

Durante la refusión VAR, un arco es generado entre la punta del electrodo y el fondo de un crisol de cobre enfriado por agua (Figura 2.14). El arco genera calor que derrite la punta del electrodo, y el material derretido cae dentro del crisol.

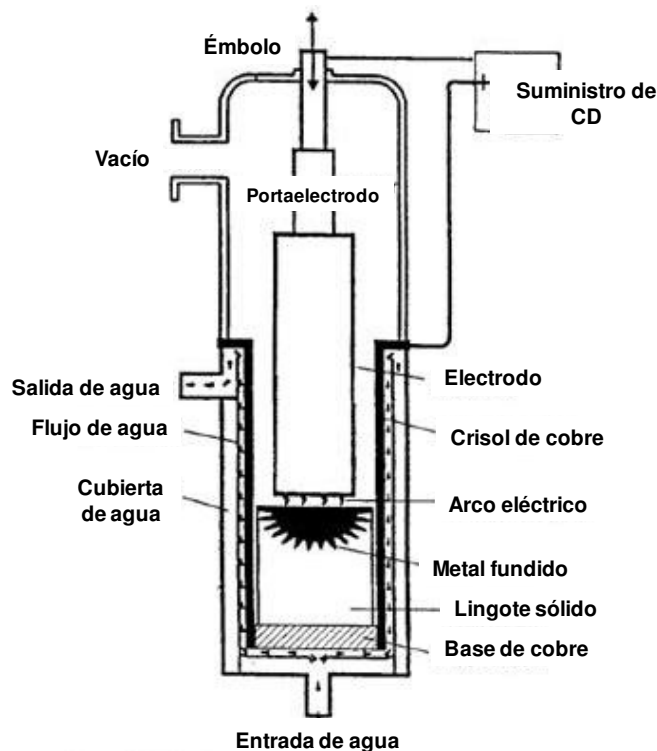


Figura 2.14 Esquema del horno de refusión por arco eléctrico. Modificada [4].

En el proceso ESR, la refusión no ocurre mediante un arco eléctrico, sino que el lingote se desarrolla dentro de un crisol enfriado por agua mediante la fusión de un electrodo sumergido en escoria calentada por una resistencia (Figura 2.15). El ESR no requiere un vacío ya que el metal fundido se encuentra protegido del ambiente por la escoria que la cubre.

La composición de la escoria puede variar dentro de un amplio rango, pero está formada predominantemente por CaF_2 (fluorita) con adiciones de CaO (carbonato de calcio) y Al_2O_3 (alúmina).

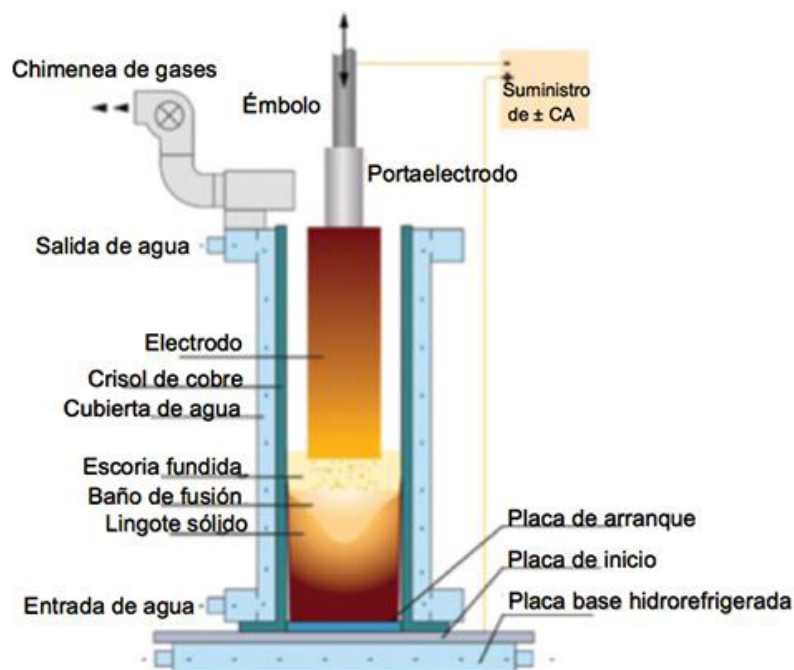


Figura 2.15 Esquema del horno de refusión por electroescoria [38].

Los procesos VAR y ESR no solamente refinan la composición, sino que también mejoran la estructura de solidificación del lingote. El primero produce lingotes más grandes con menores defectos de segregación, mientras que el segundo produce lingotes más limpios con menor cantidad de azufre [19]. Debido a estas características, un proceso de fusión triple (VIM–ESR–VAR) es utilizado para producir lingotes, seguido por homogenización y trabajo en caliente para obtener el control en la composición y el tamaño de grano deseado.

Algunas otras opciones de procesos de fusión triple incluyen un VIM doble seguido por un proceso VAR o ESR, y un VIM-VAR-VAR. En algunas aleaciones con altas concentraciones de níquel que contienen un alto volumen de γ' , procesos VIM–VAR o VIM–ESR no logran producir una estructura aceptable para el trabajo en caliente. Este tipo de aleaciones son normalmente procesados utilizando metalurgia de polvos.

2.2.6 Conversión de lingote y productos siderúrgicos

Tradicionalmente, el proceso de fabricación de acero implica la conformación del acero fundido en una forma sólida (lingote) que posteriormente será laminado, forjado o fundido nuevamente [6].

Los procesos en caliente a los cuales son sujetas las superaleaciones están enfocados primordialmente en la conversión del lingote en productos siderúrgicos, los cuales se dividen en dos clases: productos largos (palanquillas y barras) y productos planos (placas y láminas). La Figura 2.16 muestra los procesos termomecánicos de forjado, extrusión y rolado, los cuales representan las operaciones mecánicas primarias utilizadas en la conversión del lingote.

Aún cuando los procesos finales (forjado o rolado y el tratamiento térmico subsecuente) después de la deformación del lingote son los principales generadores de la estructura del material, y por lo tanto, de sus propiedades, todas las etapas del proceso desde el lingote hasta el producto final, contribuyen al resultado deseado.

Gracias a los avances en la tecnología de fundición, como también a la introducción de mejores equipos y automatización para llevar a cabo la conversión del lingote, se ha logrado obtener un mejor control en la microestructura y también en la calidad de las palanquillas o de los productos siderúrgicos derivados de los lingotes. Además de lo anterior, se ha buscado perfeccionar el acabado superficial para facilitar y mejorar la inspección sónica.

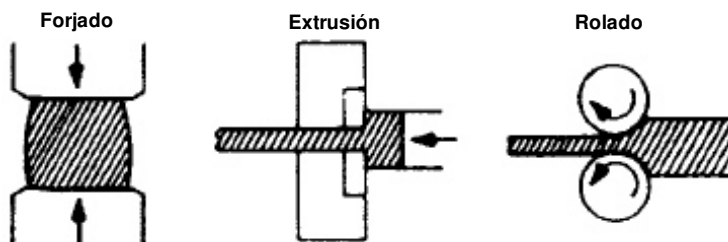


Figura 2.16 Operaciones básicas utilizadas en la conversión del lingote. Modificada [4].

2.2.7 Tratamientos Térmicos

Los tratamientos térmicos son un factor decisivo para que los componentes que son fabricados a partir de superaleaciones alcancen las propiedades mecánicas que se requieren para una determinada aplicación. Este tipo de operaciones involucran ciclos de calentamiento y enfriamiento con el objeto de producir modificaciones en su microestructura y, por lo tanto, en sus propiedades, lo que resulta en [4]:

- Reducción de esfuerzos internos.
- Redistribución de los elementos aleantes existentes mediante el movimiento de los átomos.
- Crecimiento de grano.
- Formación de nuevos granos recristalizados.
- Disolución de fases.
- Producción la precipitación de nuevas fases a partir de una solución sólida.
- Formación de fases nuevas.

Los tratamientos térmicos más utilizados en las superaleaciones son: relevado de esfuerzos, recocido, solubilizado y envejecimiento.

- **Relevado de esfuerzos**

La utilización de este tipo de tratamiento en las superaleaciones implica contraponer de forma inherente la cantidad máxima de esfuerzos relevados, contra los efectos nocivos que afectan las propiedades a altas temperaturas y a la resistencia a la corrosión. Los materiales forjados pueden ser tratados por este proceso, con la excepción de aquellos que no son endurecidos por precipitación.

Los ciclos de temperatura y tiempo son variables y dependen directamente de las características metalúrgicas del material, también como del tipo y grado de los esfuerzos residuales generados durante la producción.

- **Recocido**

Este tratamiento es aplicable únicamente a aleaciones forjadas que no han sido endurecidas por precipitación. En las superaleaciones es importante una recristalización completa y lograr la máxima suavidad posible, las cuales son obtenidas con este tratamiento.

El recocido se usa principalmente para incrementar la ductilidad, esto con el objetivo de facilitar el formado y maquinado, como preparación para soldadura, reducir esfuerzos después de la soldadura, generar microestructuras específicas o suavizar estructuras endurecidas por envejecido mediante disolución de segundas fases.

- **Solubilizado**

Generalmente es el primer paso que se sigue en el tratamiento térmico de superaleaciones endurecidas por precipitación.

El tratamiento de solubilizado tiene como objetivo la eliminación de segundas fases para obtener una resistencia máxima a la corrosión o como preparación para un endurecimiento posterior. Además de lo anterior, el tratamiento

homogenizará la microestructura antes del endurecimiento y/o recristalizará completamente la estructura para obtener una máxima ductilidad.

- **Envejecido**

El propósito de este tratamiento, es generar en una superaleación una dispersión densa y fina de partículas precipitadas en una matriz, incrementando así, la resistencia del material [5].

Algunos factores críticos son: cantidad y tipo de fases de precipitados disponibles, la temperatura de servicio predefinida, el tamaño deseado de los precipitados, la relación deseada de dureza y ductilidad y el tratamiento térmico de superaleaciones similares.

2.3 HAYNES HR-120

El material HAYNES HR-120 es una aleación base Ni-Fe-Cr endurecida por solución sólida. Las excelentes propiedades a la termofluencia de la aleación provienen de la formación efectiva de carbonitruros y nitruros ricos en niobio y cromo. La alta concentración de cromo también otorga una excelente resistencia a la oxidación. Algunas características adicionales incluyen una buena resistencia a ambientes sulfurizantes, carburizantes y corrosivos. Este material se utiliza en turbinas de gas, ya sea de gran tamaño o en microturbinas. Además, ha sido utilizado en componentes para tratamientos térmicos [39-42].

Para esta aleación, el tratamiento térmico por solución es llevado a cabo comúnmente arriba de los 1100°C. Bajo estas condiciones de temperatura, la microestructura que se presenta en el material consiste principalmente de carburos dispersos en una matriz de una sola fase. Usualmente esto representa la condición óptima para que el material en servicio muestre las mejores propiedades a temperaturas elevadas.

Se han realizado investigaciones en las cuales se ha estudiado el comportamiento de la oxidación a altas temperaturas, evaluando las morfologías, composiciones y grado de crecimiento de las capas de óxido formadas durante dicho proceso. También se ha evaluado su comportamiento bajo condiciones de fatiga, así como el efecto que tienen algunos tratamientos térmicos en particular sobre las propiedades mecánicas en este material [43-48].

TABLA 2.3 Composición nominal de HAYNES HR-120 (% en peso). Modificada [39].

Elemento	Fe	Ni	Co	Cr	Mo	W	Cb	Mn	Si	N	Al	C	B
% en peso	33 ^a	37	3*	25	2.5*	2.5*	0.7	0.7	0.6	0.20	0.1	0.05	0.004

*Máximo ^aBalance

CAPÍTULO 3

PROCESOS DE CONFORMADO

3.1 Introducción

Con el desarrollo de la turbina de gas, llegó también una demanda por aleaciones que no tuvieran únicamente una mejoría en su resistencia a altas temperaturas, sino que también tuvieran la capacidad de ser fabricadas con formas únicas.

Las tecnologías de fundición y de conversión del lingote están tomando un rol cada vez más importante en el control de la microestructura y propiedades de las superaleaciones que pasan por un proceso de forjado. Los productores de metales están siendo obligados a proveer productos con un mayor control sobre la microestructura en los materiales que suministran a las empresas de manufactura que los procesan. Debido a las prácticas actuales, el desarrollo de la microestructura como el mantenimiento de la misma, dependen mucho de las condiciones en las que se encuentra la estructura de la palanquilla al inicio de la forja.

3.2 Procesos de conformado por deformación plástica

El conformado de metales incluye varios procesos de manufactura en los cuales se usa la deformación plástica para cambiar la forma de las piezas metálicas. La deformación es el resultado del uso de una herramienta la cual aplica esfuerzos que exceden la resistencia a la fluencia del metal. Por tanto, el

metal se deforma para tomar la forma que determina la geometría de la herramienta. En general, se aplica el esfuerzo de compresión para deformar plásticamente el metal. Sin embargo, algunos procesos de conformado estiran el metal, mientras que otros lo doblan y otros más lo cortan.

Los procesos de conformado se pueden clasificar en procesos de deformación volumétrica y procesos de trabajo de láminas metálicas. Cada categoría incluye diferentes tipos de operaciones, como se muestra en la Figura 3.1.

Los procesos de deformación volumétrica se caracterizan por deformaciones significativas y grandes cambios de forma. La forma del producto inicial para estos procesos incluye tochos cilíndricos y barras rectangulares. En los procesos de trabajo de láminas metálicas se realizan operaciones de formado o preformado de láminas, tiras y rollos.

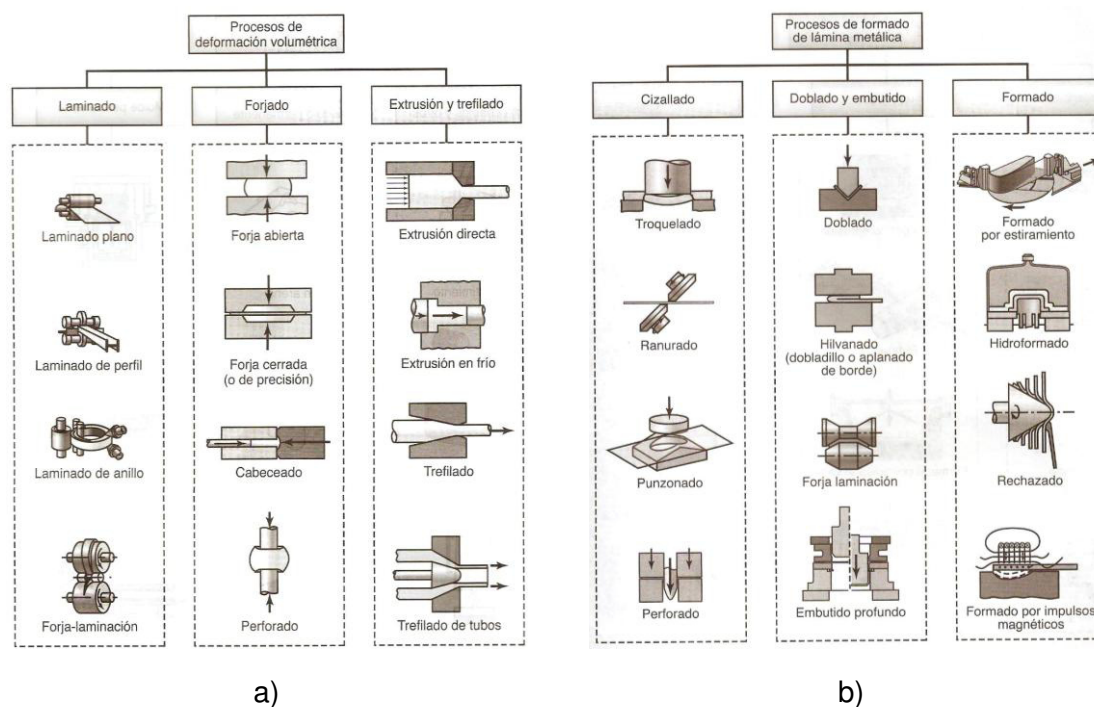


Figura 3.1 a) Procesos de deformación volumétrica y b) Procesos empleados para el formado de láminas metálicas [6].

Para formar exitosamente un metal, éste debe poseer ciertas propiedades, como alta ductilidad y baja resistencia a la fluencia, de manera que el nivel de esfuerzo que se requiera no sea excesivo. Estas propiedades son afectadas por la temperatura. La ductilidad se incrementa y la resistencia a la fluencia se reduce cuando aumenta la temperatura de trabajo.

El efecto de la temperatura da lugar a la distinción entre trabajo en frío y trabajo en caliente (por debajo o por encima de la temperatura de recristalización). La velocidad de deformación y la fricción son factores adicionales que afectan el desempeño del conformado de metales.

El trabajo en frío se refiere a la deformación plástica que suele llevarse a cabo a temperatura ambiente o ligeramente arriba. La línea divisoria entre el trabajo en frío y el trabajo en caliente se expresa frecuentemente en términos del punto de fusión del metal. La línea divisoria usual es de $0.3T_f$, donde T_f es el

punto de fusión del metal (temperatura absoluta). Algunas de las ventajas y desventajas del trabajo en frío se presentan en la TABLA 3.1.

TABLA 3.1 Ventajas y desventajas del trabajo en frío [5].

Ventajas	Desventajas
Proporciona mejor precisión, lo que significa tolerancias más estrechas.	Se requieren mayores potencias y fuerzas para desempeñar las operaciones.
Mejor acabado de la superficie.	Se debe tener cuidado para asegurar que las superficies de la pieza de trabajo inicial estén libres de incrustaciones y suciedad.
El endurecimiento por deformación aumenta la resistencia y la dureza de la pieza.	
El flujo de granos durante la deformación brinda la oportunidad de obtener propiedades direccionales convenientes en el producto resultante.	La ductilidad y el endurecimiento por deformación del metal de trabajo limitan la cantidad de formado que se puede hacer sobre la pieza.
Al no requerir calentamiento del trabajo, se ahorran costos de horno y combustible y se logran mayores velocidades de producción.	

Debido a esta combinación de ventajas, se han creado diversos procedimientos de formado en frío para operaciones importantes de producción a gran escala. Estos procedimientos proporcionan tolerancias estrechas y buenas superficies, minimizando la cantidad de maquinado requerida.

Para superar el problema de endurecimiento por deformación y reducir los requerimientos de fuerza y potencia, muchas operaciones de conformado se llevan a cabo a temperaturas elevadas. Se involucran dos rangos de temperaturas elevadas que dan lugar a los términos de trabajo en tibio (por debajo de la temperatura de recrystalización) y trabajo en caliente (por encima de la temperatura de recrystalización). La temperatura de recrystalización de un metal es aproximadamente la mitad de su punto de fusión en la escala absoluta.

El trabajo en tibio se efectúa en un rango de 0.3 a $0.5T_f$ y se caracteriza por realizarse en el límite donde los fenómenos de recristalización tienen lugar. Menor resistencia y endurecimiento por deformación, así como mayor ductilidad del metal a temperaturas intermedias confieren al trabajo en tibio las siguientes ventajas sobre el trabajo en frío: 1) fuerzas más bajas y menores requerimientos de potencia, 2) son posibles trabajos más complicados, 3) se puede eliminar o reducir la necesidad de recocido.

El trabajo en caliente se define como la deformación plástica del metal por encima de la temperatura de recristalización. En la práctica, el trabajo en caliente se lleva a cabo usualmente a temperaturas superiores a $0.5T_f$. Sin embargo, el proceso de deformación genera el calor que incrementa la temperatura de trabajo en algunas regiones de la pieza. Esto puede causar la fusión en estas regiones, lo cual es altamente indeseable. Las incrustaciones en la superficie de trabajo se aceleran también a temperaturas más altas. Por consiguiente, las temperaturas de trabajo en caliente se mantienen normalmente dentro del rango de 0.5 a $0.75T_f$. Algunas de las ventajas y desventajas que ofrece el trabajo en caliente se presentan en la TABLA 3.2.

TABLA 3.2 Ventajas y desventajas del trabajo en caliente [49].

Ventajas	Desventajas
Se pueden alcanzar grados de deformación muy elevados, más que con cualquier otra técnica de conformado por deformación.	El consumo energético es elevado (se requiere mantener caliente un gran volumen de material hasta la temperatura de trabajo).
Se pueden elaborar perfiles más complejos.	La precisión dimensional es muy baja.
Se requieren potencias menores en los equipos.	Se producen oxidaciones superficiales en los materiales.
Es la única forma en que pueden trabajarse metales frágiles, que se romperían si se deformasen en frío.	El acabado es más pobre (existencia de irregularidades, oxidaciones, etc.).
Se produce recristalización.	Las herramientas suelen tener una vida útil más corta, ya que la temperatura degrada más rápidamente las zonas afiladas (fatiga térmica).

3.3 Forjado

El forjado es un proceso de deformación en el cual el material se comprime entre dos dados, usando impacto o presión gradual para formar la pieza. Es la operación más antigua para formado de metales y se remonta quizá al año 5000 a.C. [5]. Hoy en día, el forjado es un proceso industrial importante que se utiliza para generar la forma básica de grandes componentes, que luego se maquinan para lograr su forma y dimensiones definitivas. Algunas de las piezas que se forjan actualmente incluyen grandes rotores para turbinas, engranajes, cubiertos, herramientas manuales, piezas para maquinaria, aeronaves, ferrocarriles y equipos de transporte [6].

La mayoría de las operaciones de forja se realiza en caliente (por debajo o por encima de la temperatura de recristalización), debido al grado de

deformación que demanda el proceso, la necesidad de reducir la resistencia, e incrementar la ductilidad de la pieza de trabajo [5].

Según el grado en que los dados restringen el flujo del metal de trabajo, hay tres tipos de operaciones de forjado: a) forjado en dado abierto, b) forjado en dado impresor y c) forjado sin rebaba. Los diagramas de estos tres tipos de forjado se presentan en la Figura 3.2. En el forjado en dado abierto, el metal de trabajo se comprime entre dos dados planos (o casi planos), permitiendo que fluya sin restricciones en una dirección lateral respecto a las superficies del dado. En el forjado en dado cerrado, las superficies del dado contienen una forma o impresión que se imparte al metal de trabajo durante la compresión, restringiendo significativamente el flujo del metal. En este tipo de operación, una parte del metal fluye más allá del dado formando una rebaba. La rebaba es un exceso de metal que debe eliminarse posteriormente. En el forjado sin rebaba, la pieza de trabajo llena completamente la cavidad del dado, por lo que no se produce rebaba excedente. El control preciso del volumen de la pieza inicial y el diseño adecuado de los dados son esenciales para la producción de piezas con las tolerancias dimensionales requeridas.

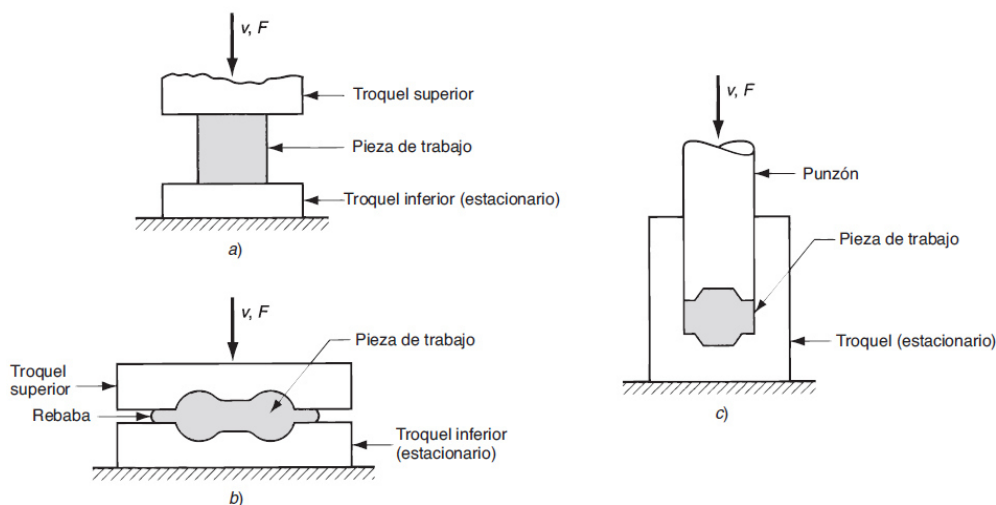


Figura 3.2 Tres tipos de forja ilustrados por diagramas de sección transversal: a) forjado en dado abierto, b) forjado en dado cerrado y c) forjado sin rebaba [5].

Forjado de superaleaciones

El forjado es capaz de producir una amplia variedad de piezas estructurales con características favorables como lo son una mayor resistencia, tenacidad mejorada, precisión dimensional y confiabilidad durante su uso [4]. Por consiguiente, los siguientes puntos representan las características deseadas en un proceso de forja:

- Refinamiento uniforme de grano
- Control de la morfología de segundas fases
- Control del flujo de grano
- Producción de la geometría deseada

Como se mencionó anteriormente, uno de los objetivos del proceso es optimizar las propiedades de la aleación en todas sus secciones, por lo que no siempre será deseable obtener un grano fino, sino que puede necesitarse un tamaño de grano variable que se encuentre dentro de un rango definido.

En sus inicios, los procesos de forjado de superaleaciones eran funciones independientes, sin embargo, esto no es así en la actualidad, ya que este proceso define junto a los procesos térmicos subsecuentes, las propiedades finales del producto final.

Las primeras superaleaciones no requerían mucho esfuerzo y trabajo para ser forjadas, sin embargo, se encontró que en general, estos materiales eran más difíciles de forjar que la mayoría de los metales. Se descubrió que el motivo por el cual se necesitaba un mayor trabajo, era porque presentaban mayor resistencia a altas temperaturas. Lo último se volvió evidente cuando las superaleaciones endurecidas por precipitación fueron desarrolladas y comercializadas. Las superaleaciones iniciales de base níquel-hierro no eran más que una extensión de los aceros inoxidable.

La introducción del endurecimiento por precipitación trajo como resultado un notable incremento en la resistencia a altas temperaturas, ocasionando un aumento en la dureza y resistencia de las superaleaciones y como consecuencia, una mayor dificultad para forjarlos.

Consideraciones del forjado

Las piezas forjadas suelen someterse a operaciones de acabado adicionales, como el tratamiento térmico para modificar sus propiedades y el maquinado para lograr precisión en las dimensiones finales y un buen acabado superficial.

Existen tres factores principales que deben ser consideradas como las más importantes para llevar a cabo cualquier tipo de forjado. Estos son: la cantidad de reducción o de deformación que se está aplicando, velocidad de deformación y la temperatura de la pieza en cada momento del proceso.

3.4 Rolado de anillos

El rolado de anillos es un proceso de conformado muy versátil para manufacturar anillos sin costura, los cuales están dimensionados con precisión y presentan flujo de grano circunferencial. Generalmente, en el rolado de anillos se requiere menos material de entrada que en otros métodos convencionales de forjado y puede producirse en cualquier cantidad [50].

El proceso comienza con la producción de una preforma comúnmente llamada “dona” (Figura 3.3a). Esta preforma se calienta sobre la temperatura de recristalización y se coloca entre dos rodillos, uno de los cuales es impulsado y su espesor se va reduciendo al ir acercando los rodillos uno al otro mientras giran. Conforme el anillo de paredes gruesas se comprime, el material se alarga, ocasionando un incremento en el diámetro del anillo (Figura 3.3b).

Las aplicaciones típicas para el rolado de anillos son los grandes anillos para cohetes y turbinas, las coronas de engranes, trenes de cojinetes de bolas y rodillos, bridas y anillos de refuerzo para tuberías, llantas de acero para ruedas de ferrocarril, cinchos para tubos, recipientes a presión y máquinas rotatorias. El proceso puede llevarse a cabo a temperatura ambiente o a una temperatura elevada, dependiendo del tamaño, de la fuerza y ductilidad del material [5, 6].

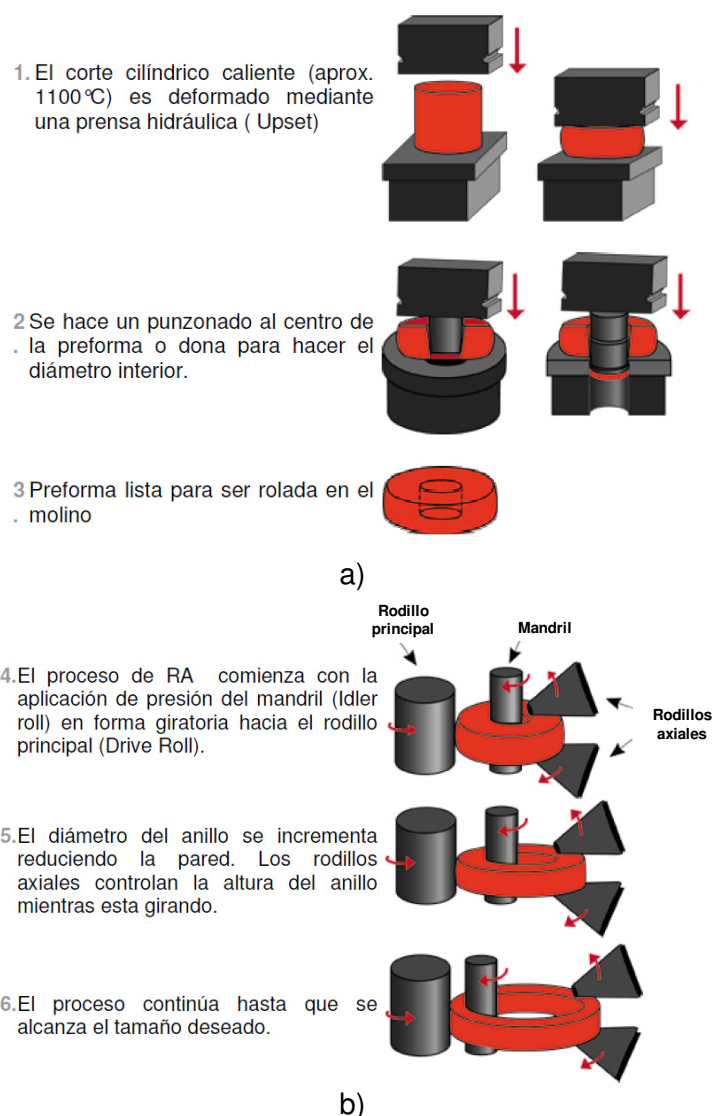


Figura 3.3 a) Producción de preforma y b) Proceso de rolado de anillos. Modificada [51].

3.5 Ventajas del proceso de forjado y rolado

El forjado proporciona cierto grado de resistencia estructural, eliminando vacíos o porosidades internas que pueden debilitar las piezas. Esta resistencia estructural reduce los requisitos de inspección del componente y simplifica las operaciones de tratamiento térmico y maquinado.

El proceso de rolado de anillos puede producir uniformidad en el tamaño de grano y características favorables en el flujo de grano. Estas características se traducen en un incremento en las propiedades mecánicas, de la pieza en cuestión [51].

3.6 Fenómenos de recuperación

Los mecanismos responsables de controlar el tamaño de grano resultante durante el conformado en caliente, son los de restauración y recristalización dinámicas. Estos mecanismos dependen de la microestructura inicial del material y su composición química, así como también de las condiciones de deformación (temperatura, velocidad y el grado de deformación).

Los ensayos de compresión en caliente, son ensayos mecánicos de laboratorio cuya finalidad es simular procesos industriales como forja, laminación, extrusión, etc., lo que permite entender los fenómenos que se llevan a cabo durante estos procesos [52].

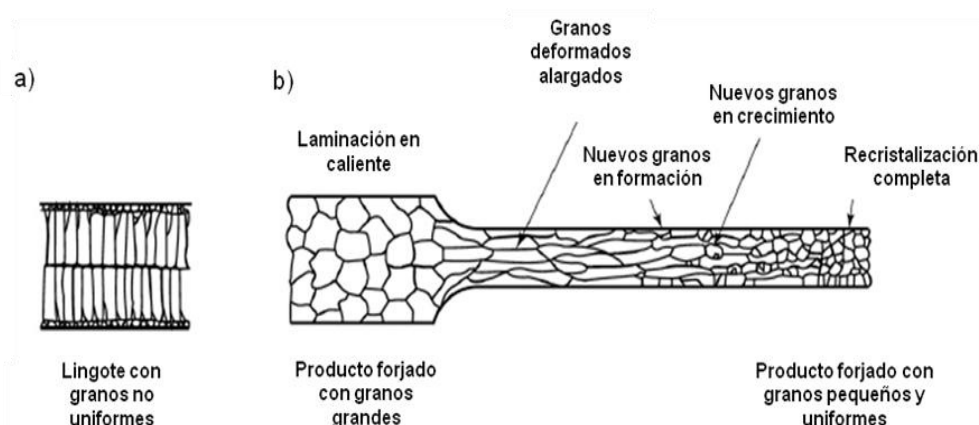


Figura 3.4 Cambios microestructurales durante el conformado en caliente. Modificada [53].

- **Restauración dinámica**

La microestructura contiene granos deformados que a su vez contienen un gran número de dislocaciones en forma de red. Cuando se calienta el metal a temperaturas ligeramente elevadas, las dislocaciones se mueven y reorganizan. Sin embargo, el número de dislocaciones no se reduce significativamente; sólo se reordenan en una estructura poligonizada. La estructura poligonizada aparece como una estructura de subgrano dentro de los granos deformados normales con dislocaciones, formando los bordes de ángulo pequeño de los subgranos. Debido a que la cantidad de dislocaciones no se reduce, las propiedades mecánicas del metal permanecen relativamente inalteradas [36]. En la Figura 3.5 se muestran los cambios microestructurales que tienen lugar durante la restauración dinámica.

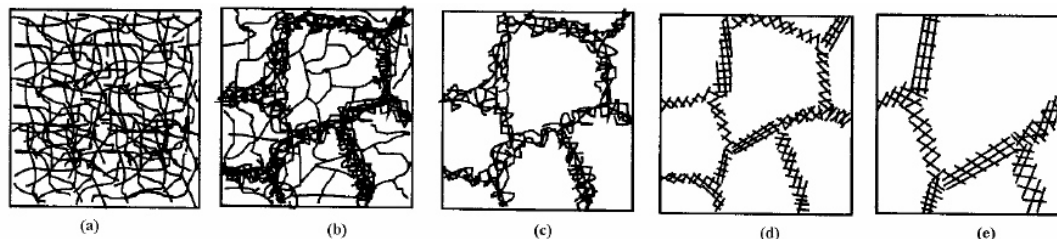


Figura 3.5 Diferentes etapas de la restauración dinámica para un material deformado: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos y e) su crecimiento [52].

- **Recristalización dinámica**

Conforme aumenta la temperatura de restauración, se hacen perceptibles en la microestructura nuevos cristales diminutos. Éstos tienen la misma composición y estructura cristalina que los granos originales sin deformar, y su forma no es alargada, sino que son aproximadamente de dimensiones uniformes (equiaxiales). Generalmente, suelen desarrollarse en las zonas del grano más deformadas, como los límites de grano y los planos de deslizamiento. Las agrupaciones de átomos que dan lugar a estos nuevos cristales se denominan núcleos. La recrystalización puede considerarse como la combinación de dos procesos distintos, uno de nucleación de granos libres de deformación, y otro de crecimiento de estos núcleos.

Cuanto mayor es la deformación previa del metal, menor es la temperatura necesaria para provocar la recrystalización, ya que la red está más distorsionada y la energía interna con que cuenta es mayor. El proceso de recrystalización es más sensible a las variaciones de temperatura que a las variaciones del tiempo de permanencia a temperatura constante.

Para que se lleve a cabo el proceso de la recrystalización en un metal, es preciso un mínimo de deformación plástica (normalmente del 2 al 8 %). A este valor mínimo de la deformación se le conoce como deformación crítica. Para

valores de la deformación inferiores a éste, los núcleos de recristalización que se forman son pocos [56].

El comportamiento de un material deformado en caliente se puede observar en curvas de fluencia, que son una representación gráfica del esfuerzo verdadero versus la deformación verdadera; los ensayos de compresión que se realizan a nivel de laboratorio permiten obtener este tipo de gráficas (Figura 3.6).

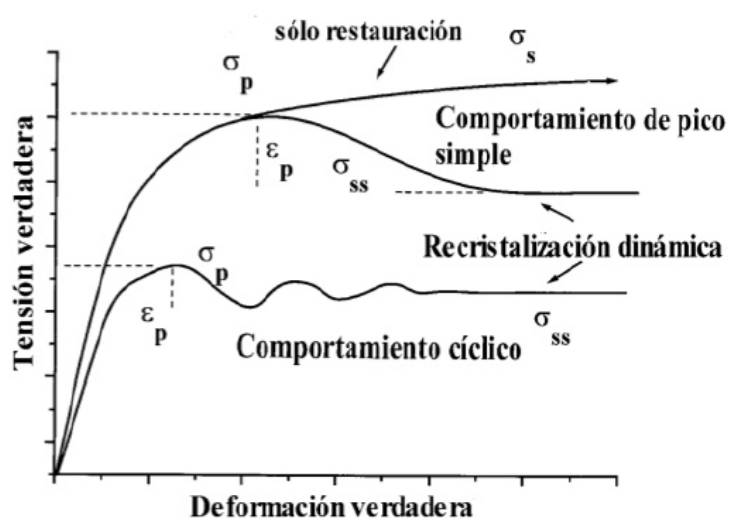


Figura 3.6 Representación esquemática de la recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación [52].

Estas curvas de fluencia se dividen en tres etapas diferentes: etapa de endurecimiento por deformación y restauración dinámica, etapa de transición, donde se presenta la caída en la tensión de fluencia debido al inicio de la recristalización dinámica y se presenta la nucleación y crecimiento de grano; y la tercera etapa del estado estable o de saturación.

La etapa de transición está acompañada por una disminución en la densidad de dislocaciones. La caída de tensión que se presenta durante la etapa de transición puede ser en forma continua, a la que se le conoce como recristalización dinámica de pico simple, o en forma de oscilaciones,

denominada recrystalización dinámica de pico múltiple, ambas dependen de las condiciones de deformación y de las propiedades intrínsecas del material.

En ciertos materiales no se observa la caída de tensión y la curva está compuesta sólo por dos etapas sin presentar transición. En este caso, el material solamente presenta restauración dinámica. Esto se debe entre otras causas, a la energía de falla de apilamiento (EFA, por sus siglas en inglés), que es un parámetro intrínseco del material y se puede definir como la permeabilidad de un material al movimiento de las dislocaciones en su red cristalina y al mismo tiempo a su capacidad para generarlas. Los metales se clasifican en dos grupos: materiales con alta energía de falla de apilamiento (aluminio, aceros ferríticos) y materiales con baja energía de falla de apilamiento (aceros inoxidables austeníticos, cobre y sus aleaciones, los aceros al carbono en estado austenítico). En los materiales con alta energía de falla de apilamiento, la restauración dinámica es muy eficaz debido a que la movilidad de las dislocaciones es muy alta, mientras que en los de baja energía de falla de apilamiento, las dislocaciones están fuertemente disociadas, por lo que el proceso de restauración es poco eficaz [52, 55].

- **Recrystalización estática**

La recrystalización estática surge generalmente durante el tratamiento térmico realizado comúnmente después de un proceso de conformado.

La nucleación y el crecimiento de grano son las etapas principales de la recrystalización estática resultante de un tratamiento térmico posterior a un proceso de deformación. Durante el proceso de deformación en caliente, la recrystalización dinámica surge a través de la nucleación y crecimiento de los granos dando lugar al refinamiento de grano. Sin embargo, en el periodo de reposo después de la deformación, tiene lugar un proceso similar a la recrystalización estática clásica donde algunos núcleos de grano se forman y

crecen en la aleación deformada, considerándose a este fenómeno a su vez como recristalización estática [54].

- **Crecimiento del grano**

La energía libre de los granos grandes es inferior a la de los granos pequeños. Esto se asocia a la reducción de superficies de contorno de grano. Esta disminución de energía constituye la fuerza que impulsa el proceso de crecimiento de grano, siendo la fuerza que se le opone a la rigidez de la red. Al aumentar la temperatura, disminuye la rigidez de la red y la velocidad de crecimiento de grano es mayor. Por lo tanto, teóricamente es posible obtener granos muy grandes con sólo mantener el material durante un largo periodo de tiempo a las temperaturas más elevadas de la región de crecimiento de grano.

Los factores que favorezcan una nucleación rápida y un crecimiento lento darán lugar a un material de grano fino, mientras que por el contrario, los que favorezcan una nucleación lenta y un crecimiento rápido originarán un material de grano grande. Los factores que influyen en el tamaño final del grano recristalizado son [56]:

- Grado de deformación previa: este factor es el más importante. Si aumenta la cantidad de deformación previa, se favorecerá la nucleación y como consecuencia, la obtención de un tamaño final de grano pequeño.
- Permanencia a la temperatura: al aumentar el tiempo de permanencia a cualquier temperatura superior a la de recristalización, se favorece el crecimiento de grano y se incrementa el tamaño final del grano.
- Temperatura: una vez sobrepasada la temperatura de recristalización, cuanto menor sea la temperatura, más fino será el tamaño final de grano.
- Duración del calentamiento: cuanto menor sea el tiempo, más fino será el tamaño final de grano. Si el calentamiento es lento, el número de núcleos

que se forma será más pequeño, favoreciéndose el crecimiento de grano y como consecuencia, la estructura que se obtenga tendrá un grano basto.

- Impurezas insolubles: una gran cantidad de impurezas insolubles pequeñas y uniformemente distribuidas, favorecerá la obtención de una estructura de grano más fino. Esto se debe, a que estas impurezas aumentan la nucleación y actúan como barreras que obstruyen el crecimiento del grano.

La Figura 3.7 muestra los efectos que ejercen los fenómenos de recuperación, recrystalización y crecimiento de grano sobre las propiedades mecánicas y morfología y tamaño del grano.

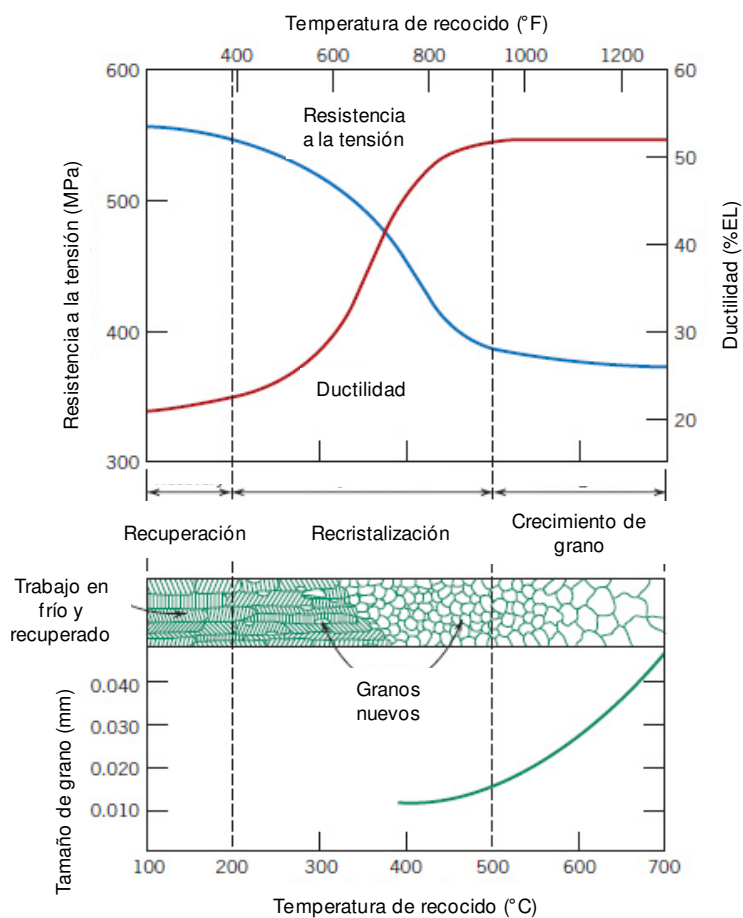


Figura 3.7 Efectos de la recuperación, la recrystalización y el crecimiento del grano en las propiedades mecánicas y en la forma y el tamaño de los granos. Modificada [57].

CAPÍTULO 4

TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

4.1 Introducción

La caracterización de un material mediante distintas técnicas, tiene como finalidad conocer cuali y cuantitativamente cómo está constituido dicho material. La importancia de realizar estas investigaciones radica, en primer lugar, en fortalecer la comprensión de la relación entre propiedades y estructura (y defectos) y, en segundo lugar, predecir las propiedades mecánicas de los materiales una vez establecidas estas relaciones [58, 59].

En el presente capítulo se explica en forma breve los fundamentos básicos de las técnicas de caracterización utilizadas en esta investigación.

4.2 Ensayo de compresión

Los procesos importantes de compresión en la industria incluyen el laminado, forjado y extrusión. El ensayo de compresión proporciona información útil para estimar los requisitos de fuerza y potencia necesarios en dichos procesos. Esta prueba suele realizarse mediante la compresión de una probeta cilíndrica sólida entre dos dados planos. Debido a la fricción entre las superficies de la muestra y los dados, el material cercano de la parte media del espécimen puede incrementar su área mucho más que los extremos. Esto resulta en que la muestra adopte una forma característica de barril.

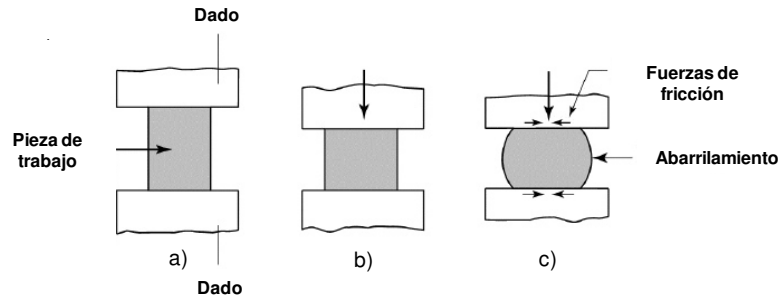


Figura 4.1 a) Palanquilla cilíndrica sólida recalcada entre dos dados planos, b) Deformación uniforme de la palanquilla sin fricción y c) Deformación con fricción; obsérvese el abarrilamiento de la palanquilla causado por las fuerzas de fricción en las interfases de la palanquilla con el dado. Modificada [53].

Las ecuaciones 1 y 2 son utilizadas para calcular el esfuerzo verdadero (σ) y la deformación verdadera (ϵ) respectivamente. Por convención, una fuerza de compresión se considera negativa.

$$\sigma = \frac{F}{A_i} \quad (4.1)$$

donde:

σ es el esfuerzo verdadero en MPa o lb/in²;

F es la fuerza en N o lb; y

A es el área real (instantánea) que resiste la carga en mm² o in².

$$\epsilon = \int_{L_0}^{L_f} \frac{dL}{L} = \ln \left(\frac{L_f}{L_0} \right) \quad (4.2)$$

donde:

ϵ es la deformación verdadera en mm/mm o in/in;

L_0 es la longitud inicial de la muestra en mm o in; y

L_i es la longitud instantánea en cualquier momento durante la elongación en mm o in.

4.3 Microscopía

Algunos elementos estructurales son de dimensiones macroscópicas y es posible observarlos a simple vista. Sin embargo, en la mayoría de los materiales, las características de interés son de dimensiones microscópicas. En tales casos, el uso del microscopio se hace imprescindible [58].

El análisis microscópico constituye una herramienta de gran utilidad para el estudio y la caracterización de materiales. Del análisis de la microestructura se puede determinar la fractura mecánica, predecir las propiedades mecánicas de las aleaciones, el tratamiento térmico adecuado y el diseño de materiales con nuevas combinaciones de propiedades [58, 61].

Existen diversas clases de microscopios y se clasifican por su fuente de luz (u otra radiación).

4.3.1 Microscopía óptica

En el microscopio óptico se utiliza la luz para analizar la microestructura. Si el material es opaco (por ejemplo metales, cerámicos y la mayoría de polímeros y compuestos), sólo la superficie es susceptible de ser observada, y la luz reflejada que pasa a través de la lente debe revelar la imagen. Las distintas regiones de la microestructura originan diferencias en la reflexión y éstas producen contrastes en la imagen. Para revelar los detalles importantes de la microestructura es necesario, generalmente, preparar cuidadosamente las superficies. La superficie debe desbastarse y pulirse hasta obtener un acabado tipo espejo. Esta condición se consigue utilizando papeles abrasivos y polvos cada vez más finos. La microestructura es revelada tratando la superficie con un reactivo químico apropiado en un procedimiento denominado ataque. Esta técnica se denomina metalografía, ya que los metales fueron los primeros en ser examinados de esta manera [58, 61].

La microscopia óptica ofrece diversas ventajas. El equipo es económicamente accesible y fácil de operar. Las características grandes como los granos y las fracturas son frecuentemente visibles. El software comercial puede calcular el tamaño de cada grano visible. Sin embargo, los microscopios ópticos se limitan a una ampliación de alrededor de 2000X, y muchas características que regulan el comportamiento se encuentran en una escala mucho más pequeña. Cuando la microscopia óptica no permite un análisis profundo del material, los investigadores optan por la microscopía electrónica.

4.3.2 Microscopía electrónica

El poder de resolución de un microscopio está dado aproximadamente por la mitad de la longitud de onda empleada para formar la imagen. El intervalo de longitudes de onda de la luz visible (microscopio óptico) comienza alrededor de 400nm hasta los 700nm, por lo tanto, para aumentar el poder de resolución de un microscopio es indispensable disminuir el valor de λ , este es el motivo por el cual el microscopio electrónico no ilumina la muestra con luz, sino con un haz de electrones de alta energía como la fuente para generar la imagen. La longitud de onda efectiva de un haz de electrones es de 0.003nm (3pm), permitiendo la resolución de detalles más finos [62-63].

- **Microscopía electrónica de barrido**

El microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es uno de los instrumentos más versátiles para el examen y análisis de características microestructurales de sólidos; proporciona información morfológica y topográfica de la superficie de los mismos (Figura 4.2). Las principales características del SEM son la alta resolución ($\sim 100\text{\AA}$), la gran profundidad de campo que resuelve una imagen tridimensional de la muestra y la relativa sencillez de preparación de las muestras [62-63].

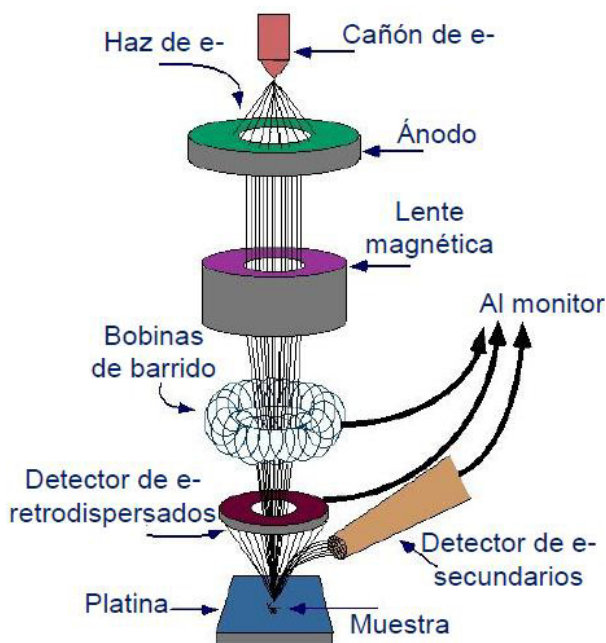


Figura 4.2 Esquema de un microscopio electrónico de barrido [62].

La imagen se obtiene rastreando la superficie de la muestra con un haz electrónico. Este haz de electrones incide sobre la muestra e interactúa con los átomos de dicha muestra, gracias a esto se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características (Figura 4.3). A medida que el haz de electrones penetra la muestra, los electrones pierden su energía. En microscopía electrónica de barrido los electrones secundarios, retrodispersados y los rayos X son de mayor interés ya que éstos proporcionan información topográfica de la superficie de la muestra y espectros de composición química [63-64].

Los electrones secundarios (SEI, por sus siglas en inglés) se producen a partir de la emisión de los electrones de valencia de los átomos de la muestra. Como son de muy baja energía (< 50 eV) sólo logran salir de la muestra los más superficiales. Se emplean para obtener imágenes de alta resolución.

Los electrones retrodispersados (BEI, por sus siglas en inglés) poseen mayor energía (E) que los secundarios, por tanto proporcionan información de regiones más profundas de la muestra. Son sensibles a la composición de la

muestra: a mayor número atómico (Z), mayor emisión de electrones retrodispersados. Este hecho permite distinguir las fases presentes en un material [62, 65].

La espectroscopía de energías dispersivas (EDS, por sus siglas en inglés) permite detectar los rayos X generados por la muestra y realizar análisis de distribución de elementos, lo que permite obtener mediante un software la composición elemental de la muestra [66].

En un espectro de rayos X, la medida de la longitud de onda, permite determinar los elementos que están presentes en la muestra, es decir, realizar un análisis cualitativo o incluso semicuantitativo.

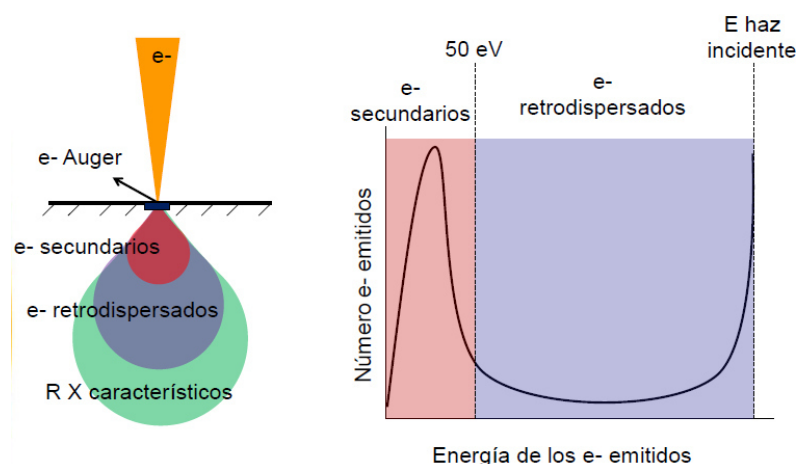


Figura 4.3 Esquema general del efecto del haz de electrones sobre una muestra [62].

4.4 Difracción de Rayos X

Muchos de los conocimientos actuales de la disposición atómica y molecular de los sólidos resultan de las investigaciones mediante difracción de rayos X; además tienen gran importancia en el desarrollo de nuevos materiales. Los rayos X son una forma de radiación electromagnética que tiene elevada energía y corta longitud de onda: del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los

átomos o iones que encuentra en el trayecto [58]. Para que exista difracción se debe satisfacer la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4.3)$$

donde:

n es el número de longitudes de onda,

λ longitud de onda,

d distancia entre los planos imaginarios,

θ ángulo de observación o incidencia.

La evaluación de los ángulos en los cuales tiene lugar la difracción, permite determinar el espaciamiento entre varios planos de la red y por lo tanto, la estructura cristalina de las fases presentes en el material [67].

4.5 Ensayo de microdureza Vickers

La dureza de un material se define como su resistencia a la indentación permanente [5]. En esta prueba, el equipo utiliza un marcador piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo de 136° entre las cargas opuestas. El intervalo de carga esta generalmente entre 1 y 1000 gr. Como resultado de la forma del marcador, la impresión sobre la superficie de la muestra será un cuadrado. La longitud de la diagonal del cuadrado es medida por medio de un microscopio equipado con un micrómetro ocular.

Por lo general, hay tablas para convertir la diagonal medida al número de dureza piramidal Vickers (HV) o por medio de la fórmula:

$$HV = \frac{1.854L}{d^2} \quad (4.4)$$

donde:

L es la carga aplicada en gf; y

d es la longitud de la diagonal del cuadrado de la impresión en mm.

CAPÍTULO 5

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe el desarrollo experimental que se llevó a cabo para realizar esta investigación. El material analizado es la superaleación HAYNES HR-120 para la cual se estableció un plan de pruebas basado en las condiciones de producción del sector aeronáutico y de generación energética, con el fin de analizar su evolución microestructural y propiedades mecánicas bajo diferentes condiciones de deformación en caliente, cumpliendo así con las especificaciones y estándares de calidad que son requeridos para este tipo de componentes.

Cabe mencionar, que el material utilizado para la presente investigación fue proporcionado por la empresa Frisa Forjados S.A. de C.V.

5.1 Selección del material

La condición inicial del material fue en forma de lingote, fabricado por procesos EAF/AOD y ESR (mencionados en el Capítulo 2). Su composición química se presenta en la TABLA 5.1, la cual fue obtenida del certificado de materia prima de la empresa proveedora de la aleación.

Del material recibido se cortó una laja de aproximadamente 30 mm de espesor, que a su vez fue cortada en cubos de 40 x 40 mm, como se aprecia en la Figura 5.1.

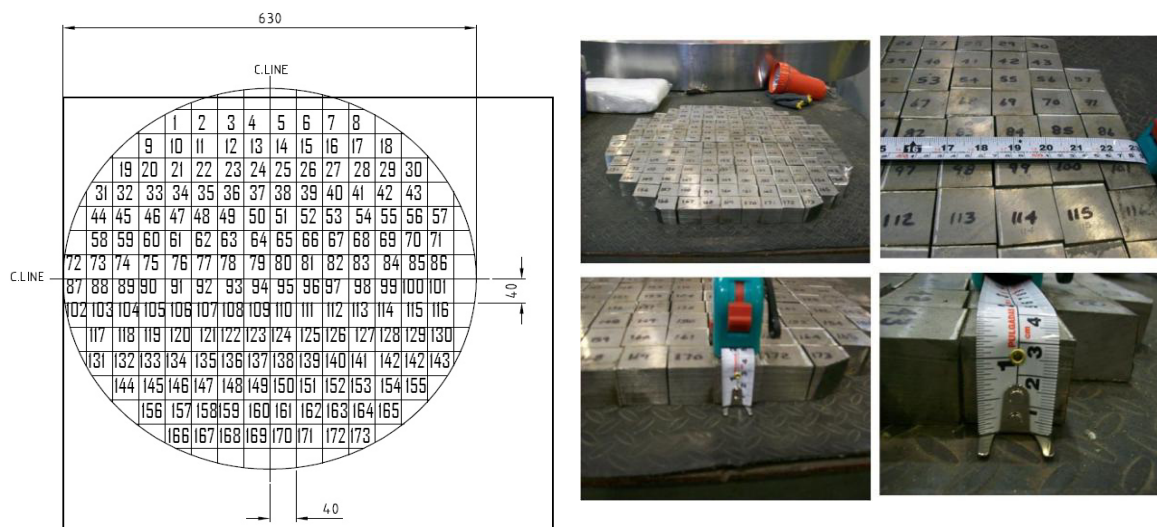


Figura 5.1 Sección cortada del lingote de HAYNES HR-120.

TABLA 5.1 Composición química de la superaleación HAYNES HR-120.

Elemento	Fe	Ni	Co	Cr	Mo	W	Cb+Ta	Mn	Si	N	Al	C	B
% en peso	35.28	36.70	0.09	24.91	0.20	<0.1	0.66	0.69	0.69	0.218	0.11	0.050	0.003

5.2 Diseño de experimentos

La superaleación HAYNES HR-120 fue sometida a ensayos de compresión en caliente bajo diferentes condiciones, tratamiento térmico, y caracterizada mediante Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido, Difracción de Rayos X y finalmente ensayos de microdureza Vickers.

La Figura 5.2 muestra el diagrama general de la experimentación seguida durante esta investigación y más adelante se especifican los parámetros de cada uno de los análisis realizados.

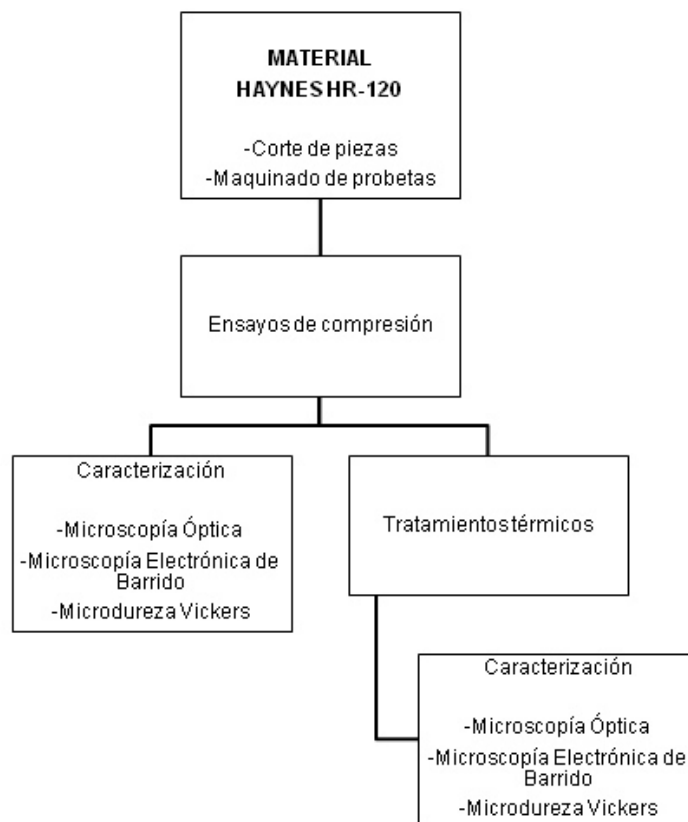


Figura 5.2 Esquema general del procedimiento experimental.

5.3 Ensayos de compresión en caliente

Para realizar los ensayos de compresión, se maquinaron probetas a partir de los cubos que se obtuvieron de la laja. Cada probeta tenía dimensiones aproximadas 7 mm de diámetro por 10 mm de altura (Figura 5.3), con un orificio al centro para la ubicación del termopar.

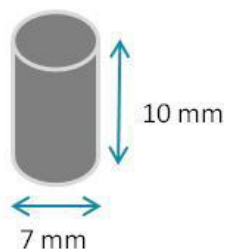


Figura 5.3 Dimensiones de las probetas.

Los ensayos de compresión en caliente se llevaron a cabo en una máquina universal mecánica de tornillo marca SHIMADZU AG-X (Figura 5.4)

con capacidad de 30 toneladas, equipada con un horno de resistencia y el software TRAPEZIUM para el análisis de datos.

Las probetas se ensayaron a cuatro temperaturas (900, 950, 1000 y 1050°C), a un nivel de deformación verdadera de 0.65, y tres velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s $^{-1}$). Las prácticas comúnmente utilizadas en el rolado de anillos sin costura de la aleación HR-120, incluyen trabajo en caliente hasta 1100°C. Debido a lo anterior, se evaluaron los fenómenos que tienen lugar a esta temperatura a tres niveles de deformación (0.25, 0.5 y 0.65) y tres velocidades de deformación (10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s $^{-1}$). En la TABLA 5.2 se muestra el diseño de experimentos realizado en la presente investigación, así como las condiciones utilizadas para cada una de las probetas.

Para la validación de la temperatura alcanzada por las probetas, se colocó un termopar tipo K en contacto con ellas. Las probetas se llevaron a las temperaturas de deformación previamente establecidas, se mantenía la temperatura por un tiempo adecuado y posteriormente se realizaba la deformación. Al término de los ensayos de compresión, cada una de las probetas fue inmediatamente enfriada en agua, con el fin de mantener la microestructura alcanzada durante la deformación en caliente.

Se realizaron un total de 21 ensayos. Las probetas deformadas fueron cortadas por la mitad de manera transversal para obtener la cantidad de muestras necesarias para la experimentación propuesta en esta investigación. Se obtuvieron un total de 42 muestras, de las cuales 21 fueron analizadas en condiciones de deformación y las otras 21 se dejaron para los tratamientos térmicos posteriores.

TABLA 5.2 Diseño de pruebas mecánicas.

Temperatura de deformación (°C)	Deformación verdadera (%)	Velocidad de deformación (1/s)
900	65	10^{-3}
		10^{-2}
		10^{-1}
950	65	10^{-3}
		10^{-2}
		10^{-1}
1000	65	10^{-3}
		10^{-2}
		10^{-1}
1050	65	10^{-3}
		10^{-2}
		10^{-1}
1100	65	10^{-3}
	50	
	25	
	65	10^{-2}
	50	
	25	
	65	10^{-1}
	50	
	25	



Figura 5.4 Máquina universal SHIMADZU AG-X.

5.4 Tratamiento térmico

Para realizar el tratamiento térmico, se utilizó un horno de mufla marca Thermo Scientific (Figura 5.5) que alcanza una temperatura máxima de 1200°C. Las piezas fueron sometidas a una temperatura de 1100°C por un tiempo de 2 horas. Las muestras se introdujeron en el horno en una base de refractario. Las 21 probetas reservadas para el tratamiento térmico fueron sometidas a un proceso de solubilizado. Al finalizar el tiempo del tratamiento térmico, las muestras se retiraron del horno y se dejaron enfriar al aire hasta alcanzar temperatura ambiente. Por cada condición de deformación (temperatura, deformación verdadera y velocidades de deformación), se dejó una muestra sin tratar térmicamente.



Figura 5.5 Horno de mufla Thermo Scientific.

5.5 Preparación de muestras

5.5.1 Corte, montaje, desbaste y pulido

Las probetas deformadas fueron cortadas por la mitad de manera transversal empleando una cortadora de discos de carburo de tungsteno de la marca STRUERS modelo Secotom-10. Posteriormente, el montaje de las muestras fue realizado en baquelita, utilizando una montadora marca STRUERS modelo CitoPress-10.

El desbaste se realizó con lijas de carburo de silicio con granulometría de 320, 500, 800, 1200, 2400 y 4000. El pulido se llevó a cabo utilizando paños con alúmina de 1 μ m. Estos procesos se realizaron en una pulidora marca STRUERS modelo TegraPol-25 (Figura 5.6).



a)



b)



c)

Figura 5.6 Preparación de muestras: a) Cortadora de discos de carburo de tungsteno STRUERS modelo Secotom-10, b) Montadora STRUERS modelo CitoPress-10 y c) Pulidora STRUERS modelo TegraPol-25.

5.5.2 Ataque químico

El reactivo que se utilizó para el ataque químico fue una solución de ácido clorhídrico (HCl) y agua destilada (H_2O_2) en proporciones de 50-50% de cada sustancia, aplicándose a la muestra por un tiempo aproximado de 5 a 10 segundos (Figura 5.7). Finalizando este tiempo, se retiró dicha solución con agua destilada y posteriormente se realizó el secado de la muestra. Este procedimiento se repitió para cada una de las 42 muestras.

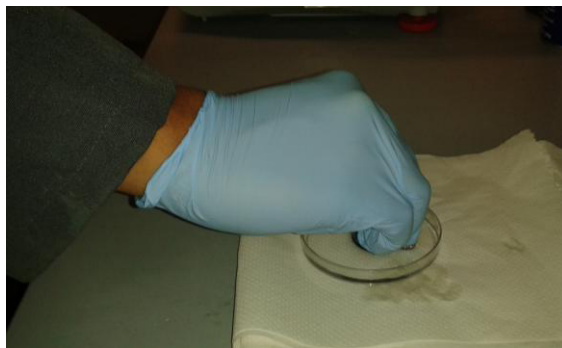
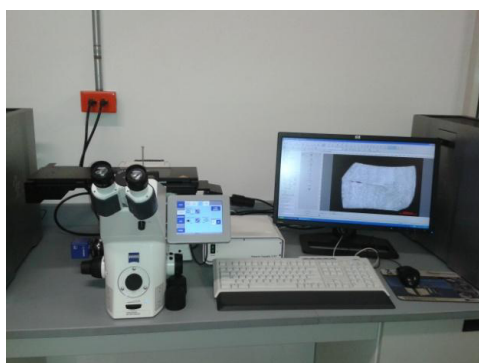


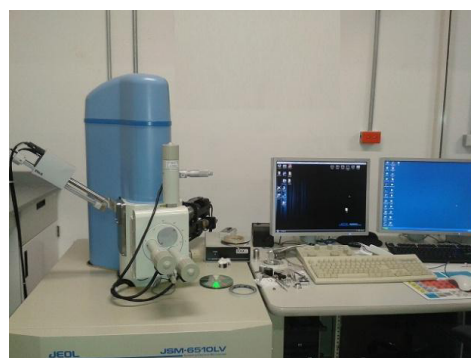
Figura 5.7 Ataque químico realizado a una muestra.

5.6 Análisis metalográfico

Después de realizar el ataque químico descrito anteriormente, se obtuvieron imágenes a diferentes magnificaciones en los microscopios óptico y electrónico de barrido, Figura 5.8 a) y b) respectivamente, mediante las cuales fue posible analizar la evolución microestructural para las diferentes condiciones de deformación y tratamientos térmicos.



a)



b)

Figura 5.8 a) Microscopio Óptico ZEISS modelo Axia Observer.Z1m, b) Microscopio Electrónico de Barrido y EDX JEOL modelo JSM-G510LV.

5.7 Difracción de Rayos X

Las muestras se pulieron hasta obtener un acabado tipo espejo, para después ser atacadas con la solución mencionada anteriormente y revelar la microestructura. Los ensayos se realizaron en un difractómetro marca BRUKER

(Figura 5.9) con un ángulo de 20° a 100° , paso del ángulo de 0.01 y tiempo por paso de 0.3 segundos, el voltaje de excitación fue de 40 kV y el de corriente fue de 30 mA. Los datos arrojados fueron analizados e identificados con ayuda del programa proporcionado por BRUKER.



Figura 5.9 Equipo de Difracción de rayos-X BRUKER.

5.8 Ensayos de microdureza Vickers

El análisis de las microdurezas Vickers fue realizado en un microdurómetro de la marca SHIMADZU modelo HMV-2, mostrado en la Figura 5.10. Se utilizó una carga de 200gf y un tiempo de 15 segundos.



Figura 5.10 Microdurómetro SCHIMADZU.

CAPÍTULO 6

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el capítulo anterior se describió el desarrollo experimental que se siguió para obtener los resultados incluidos en este capítulo, los cuales son también discutidos detalladamente en el presente con el objetivo de correlacionar los resultados efectivamente.

6.1 Caracterización microestructural

6.1.1 Análisis microestructural de muestra en condición de vaciado

Con el objetivo de lograr comparar la estructura inicial del material contra las encontradas después de las pruebas mecánicas y tratamientos térmicos definidas al iniciar esta investigación, se obtuvo una micrografía mostrando las condiciones iniciales.

Los lingotes se caracterizan por presentar formaciones dendríticas, donde la estructura secundaria es de grano grueso [68]. Esto se puede apreciar en la Figura 6.1.

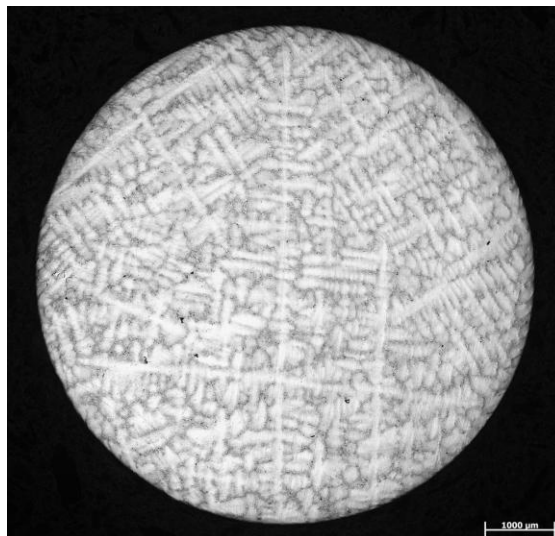


Figura 6.1 Micrografía óptica de la muestra en condición de vaciado.

6.1.2 Análisis microestructural en muestras sin tratamiento térmico

En la Figura 6.2 se muestra la evolución de la microestructura de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} con la característica de no haber sido tratadas térmicamente. Se puede observar que las condiciones de deformación (temperatura, deformación verdadera y velocidades de deformación) no fueron suficientes para romper por completo la estructura dendrítica del material en condición de vaciado y lograr una microestructura más homogénea. Los mapeos para las muestras ensayadas a velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} se encuentran en el Apéndice A.

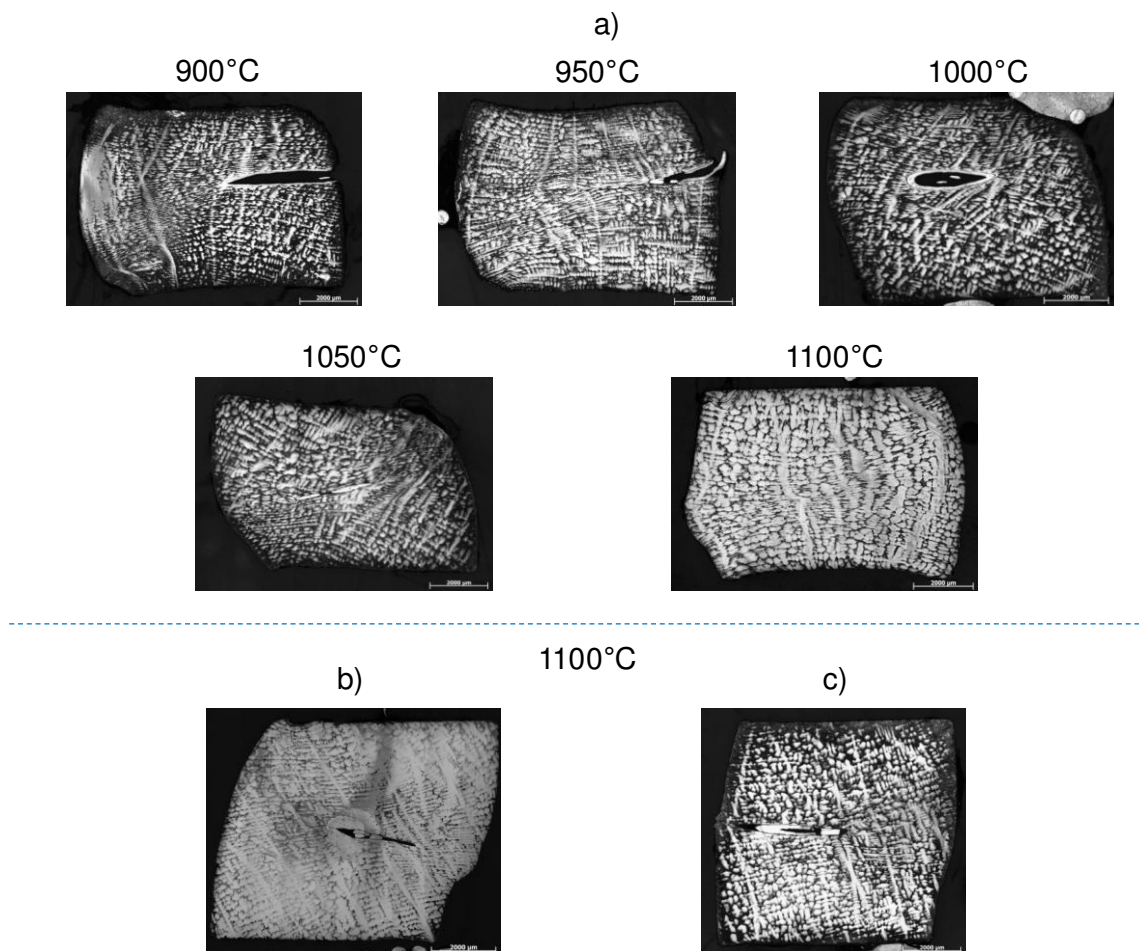


Figura 6.2 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.

6.1.3 Análisis microestructural en muestras con tratamiento térmico

Un grupo de muestras fue tratado térmicamente posterior al ensayo de compresión. Se llevó a cabo un análisis microestructural de dichas muestras con parámetros distintos de temperatura, deformación verdadera y velocidades de deformación. Al analizar las micrografías se puede establecer que conforme aumenta la temperatura de deformación también lo hace el tamaño de grano.

De acuerdo a los parámetros definidos para el desarrollo experimental, a continuación se pueden observar micrografías bajo diferentes condiciones de

temperatura y velocidad de deformación a las cuales fueron sometidas las probetas estudiadas.

Estas imágenes se encuentran agrupadas de acuerdo a la velocidad de deformación, pero las micrografías mostradas representan las diferentes temperaturas a las cuales se realizaron dichas deformaciones.

En las Figuras 6.3, 6.4 y 6.5 a) se puede observar cualitativamente un crecimiento de grano, lo que reafirma los resultados obtenidos en las pruebas de microdureza (Figura 6.13 y TABLA 6.5), a temperaturas de 900 y 950°C no se modifican drásticamente dichos resultados, sin embargo a partir de 1000°C los valores de microdureza disminuyen. Además, en las imágenes obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido, se puede apreciar cualitativamente una mejor distribución de precipitados en los límites de grano en las muestras deformadas a 900°C, con lo que se pueden obtener mejores propiedades mecánicas (Figuras 6.3, 6.4 y 6.5 b).

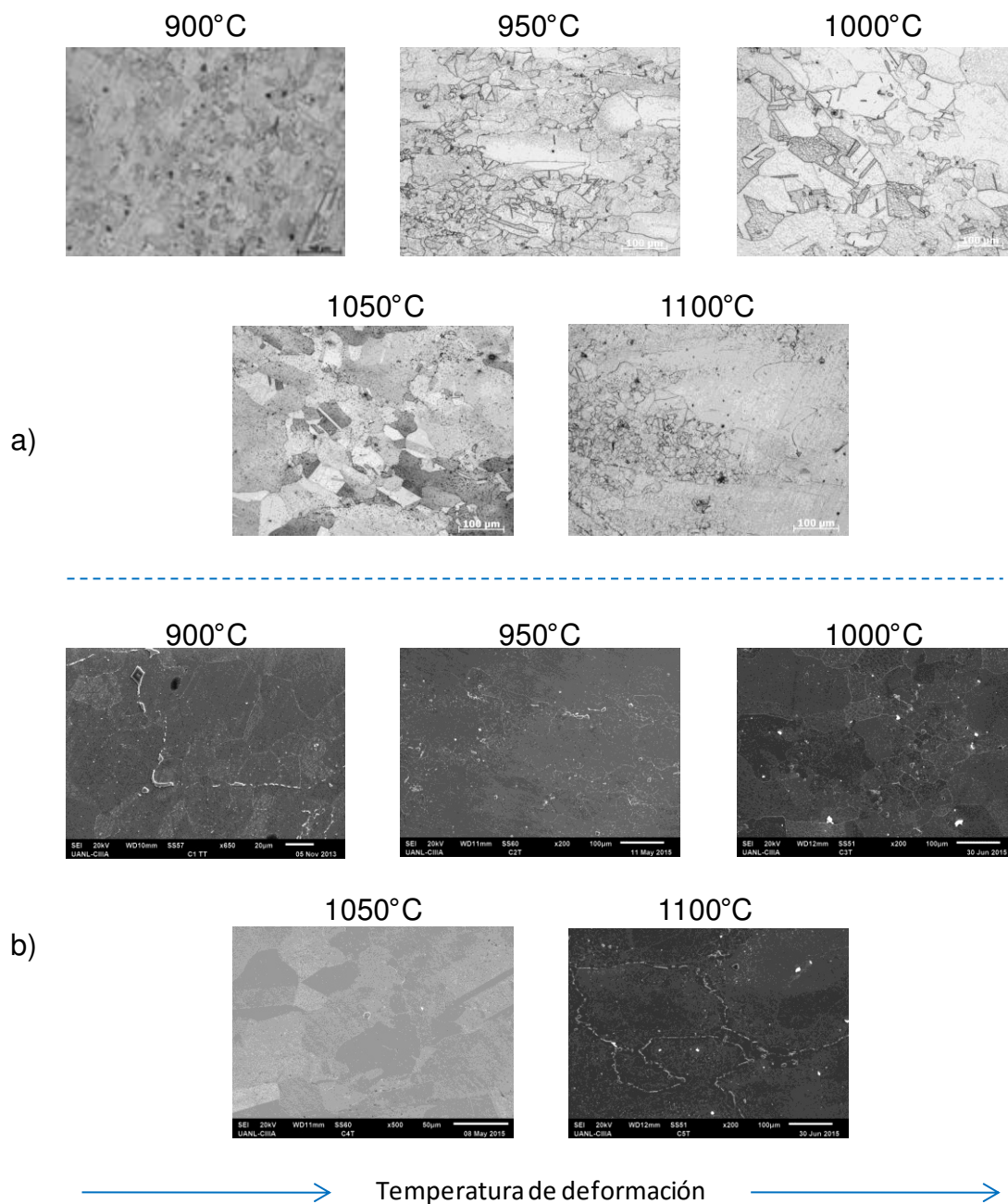


Figura 6.3 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.

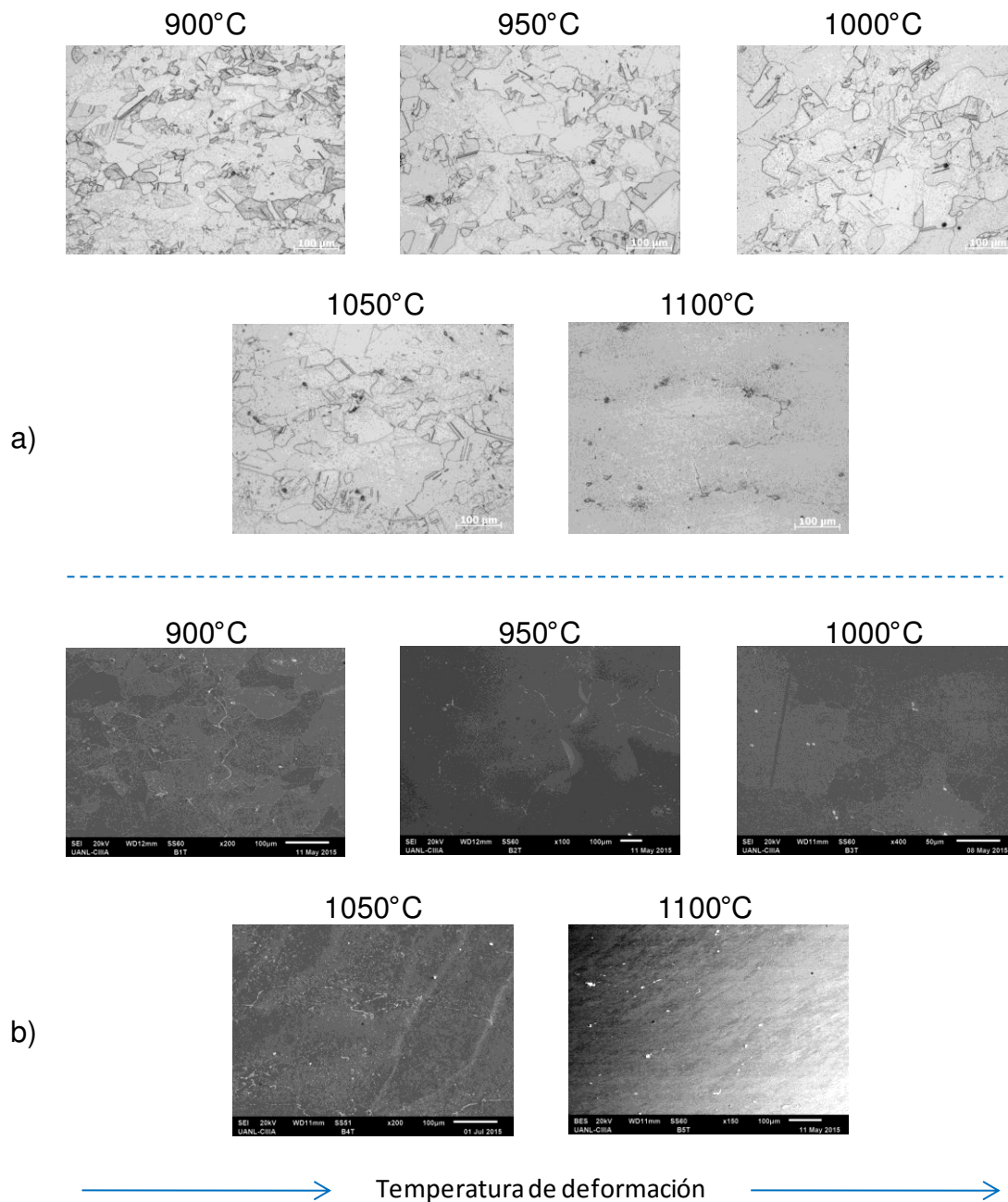


Figura 6.4 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.

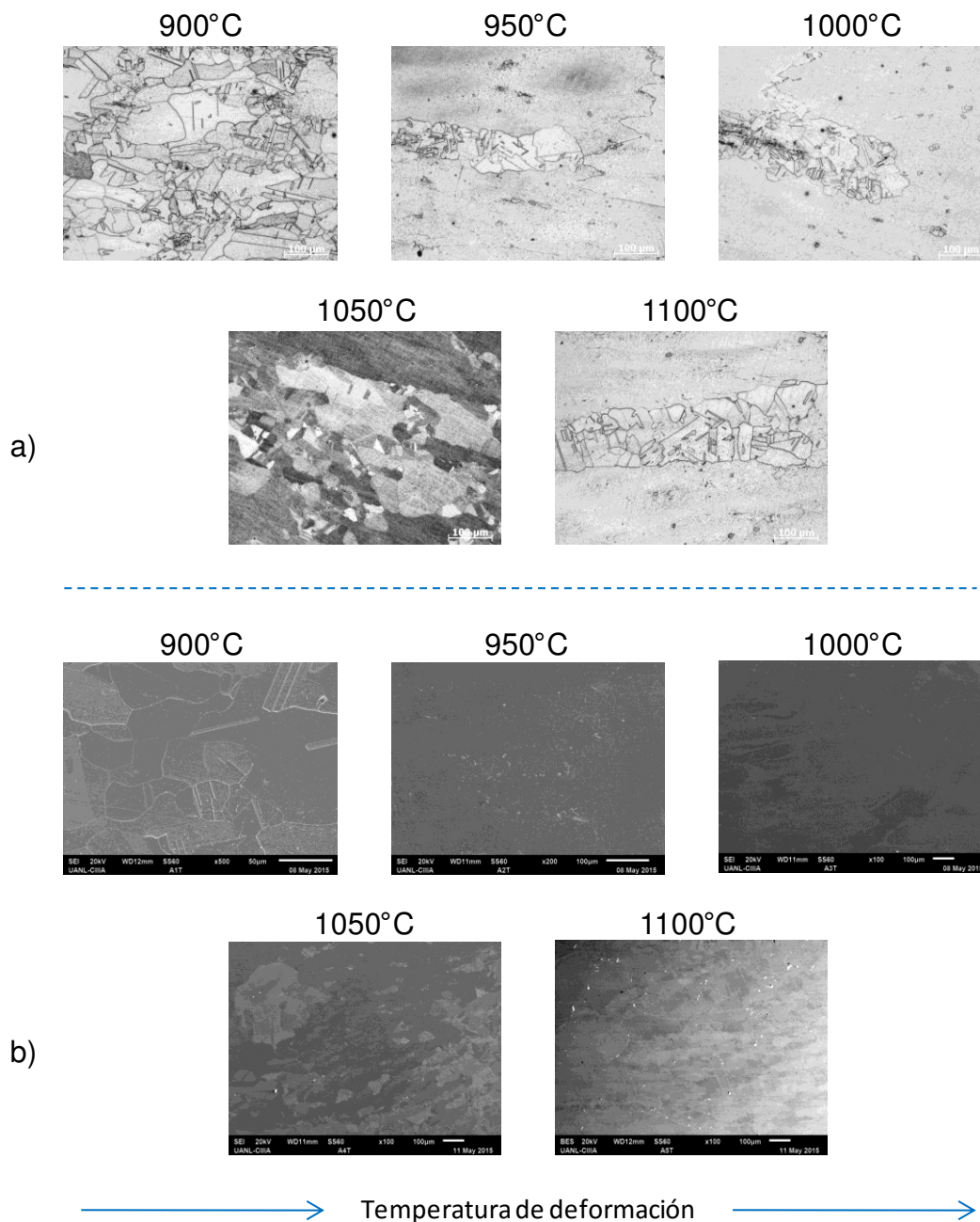


Figura 6.5 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.

Se observa que a mayor velocidad de deformación (10^{-1} s^{-1}) la microestructura es más homogénea, por lo tanto el material deformado a velocidades altas será más duro.

La siguiente figura muestra las micrografías de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de deformación y con deformaciones de 0.25, 0.5 y 0.65.

Cualitativamente se observa que la muestra con deformación de 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} , presenta una microestructura más homogénea. Esta característica no puede ser vista en ninguna otra microestructura de esta figura. Con estos resultados se puede decir que las propiedades mecánicas del material aumentan su valor a partir de estas condiciones de deformación (TABLA 6.6).

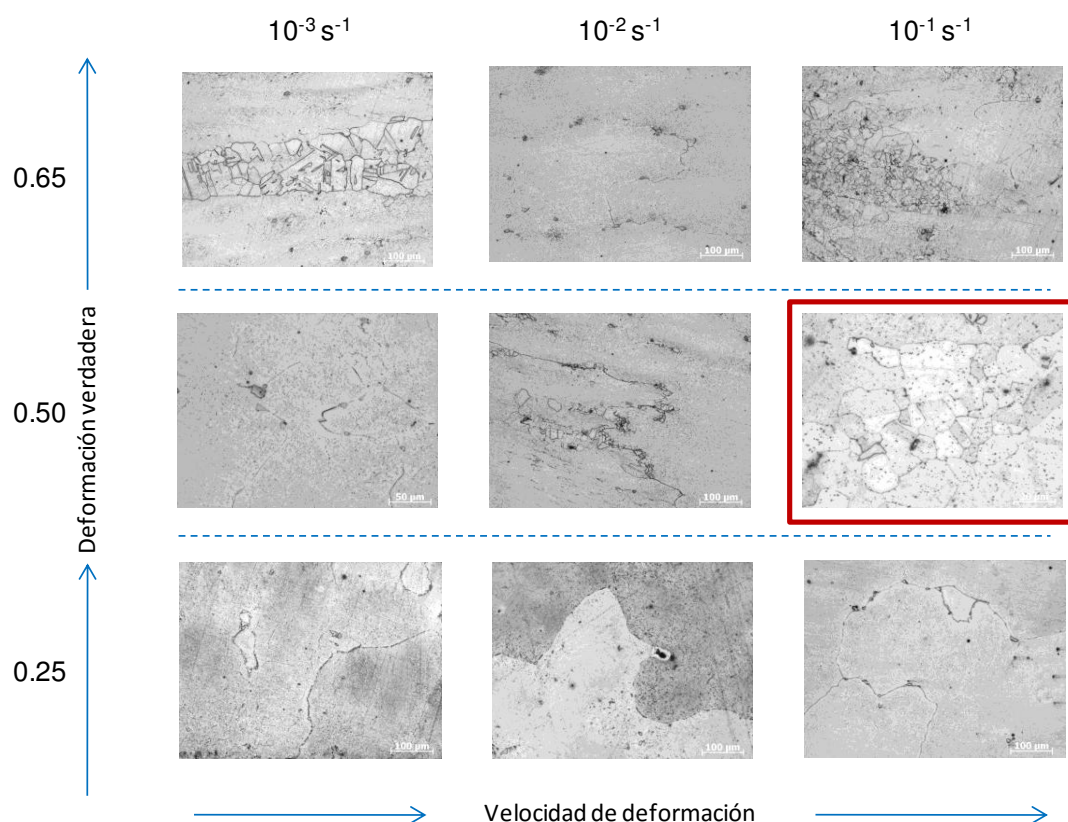


Figura 6.6 Micrografías de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de deformación, con deformaciones de 0.25, 0.5 y 0.65 y con tratamiento térmico.

Se realizaron análisis químicos semicuantitativos a varias muestras bajo diferentes condiciones de deformación y tratadas térmicamente (Figura 6.7 a 6.9). En los resultados obtenidos de estos análisis químicos, se encontraron trazas de elementos de tierras raras como prometio y cerio. De acuerdo a la literatura este tipo de elementos pueden añadirse a las aleaciones para incrementar la resistencia a la oxidación [69-70].

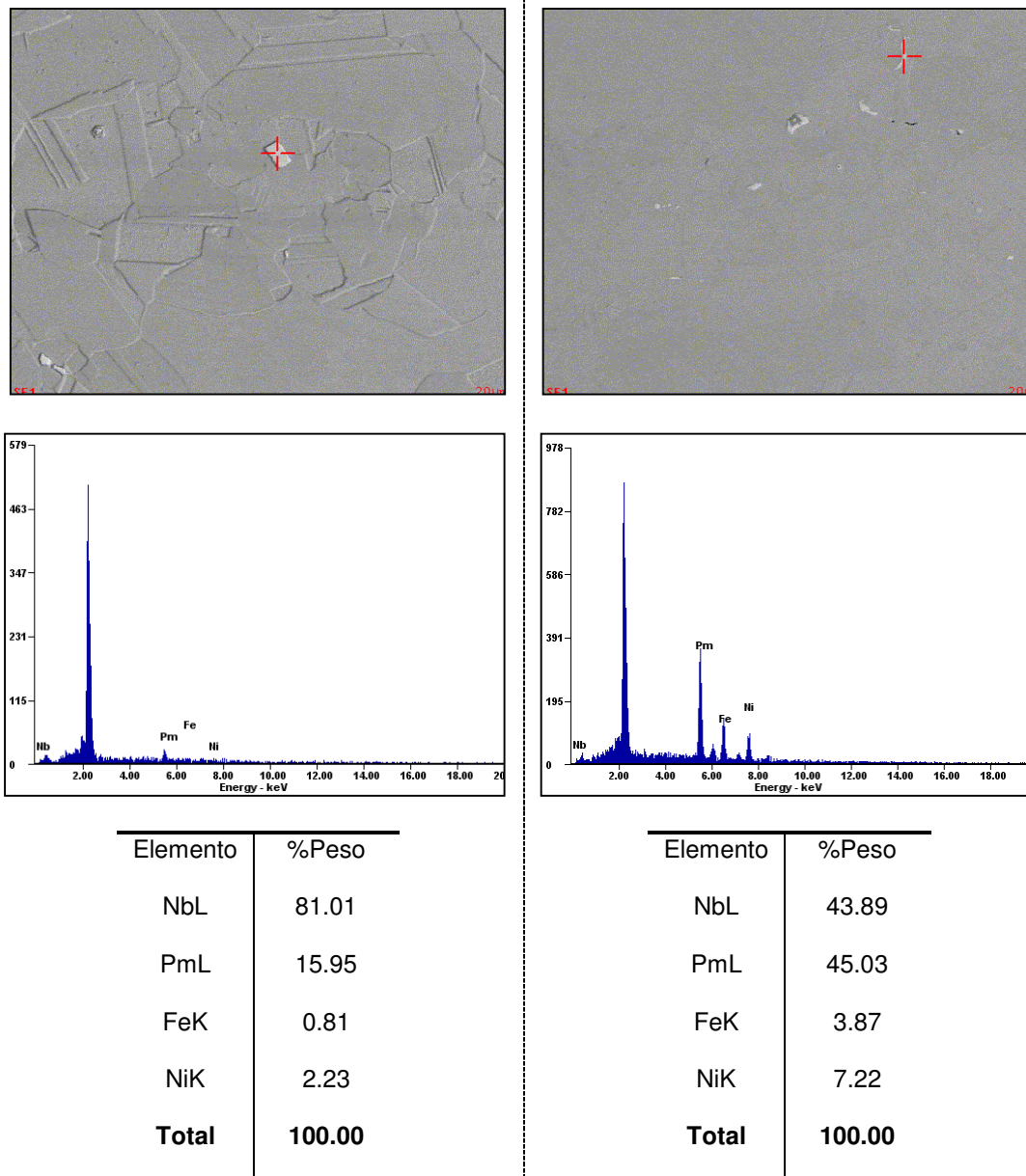


Figura 6.7 Análisis químico semicuantitativo de muestras deformadas a 0.65; a) a 900°C y a una velocidad 10^{-3} s^{-1} , y b) a 1050°C y una velocidad 10^{-1} s^{-1} .

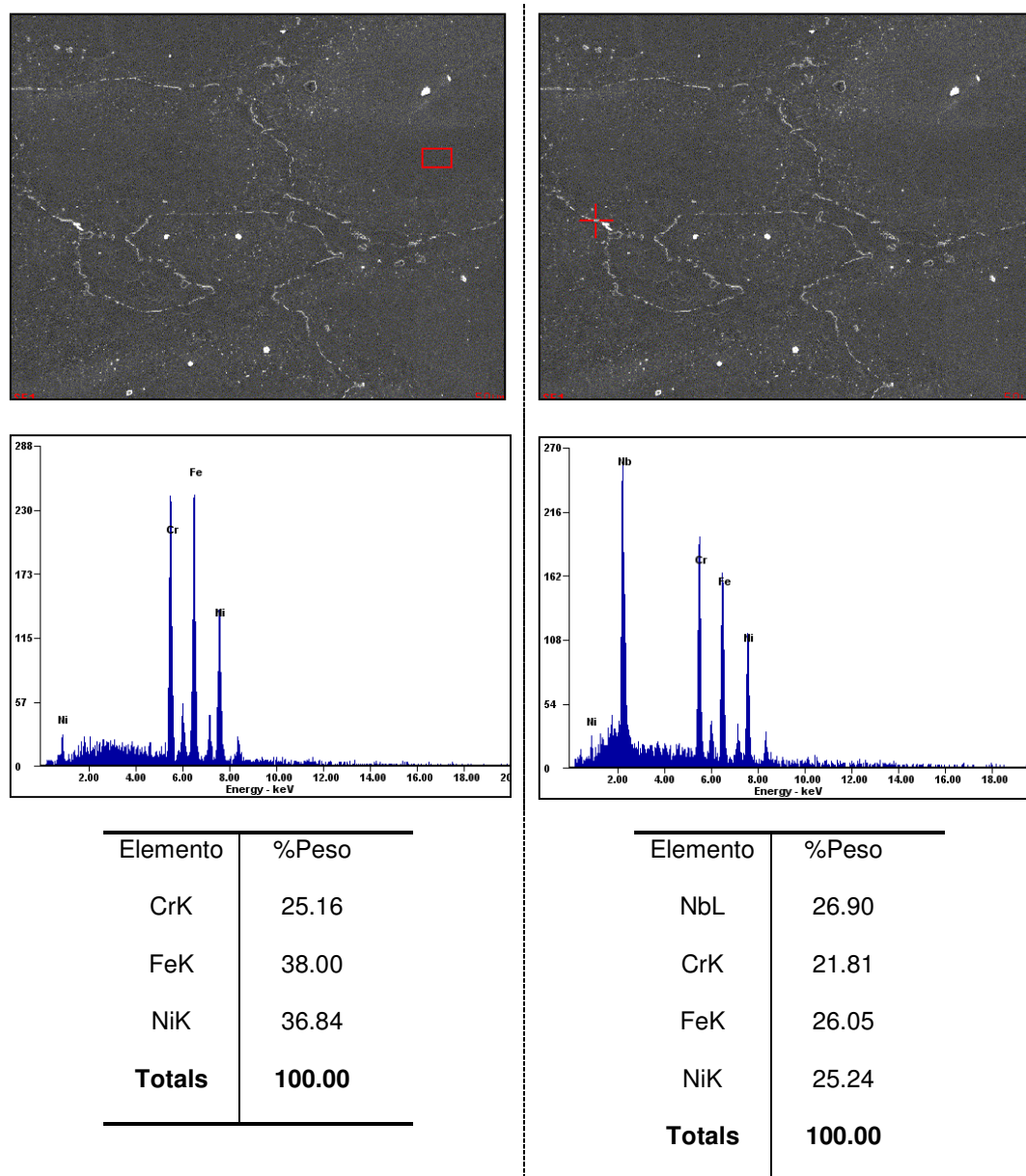


Figura 6.8 Análisis químico semicuantitativo de muestra deformada a 0.65, a 1000°C y a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} : a) matriz y b) precipitado.

Los análisis realizados en la matriz (Figura 6.8a y Figura 6.9a) muestran contenidos en peso de níquel del 37%, de hierro un 38% y de cromo un 25%, los cuales se encuentran dentro del rango de composición química de la aleación HAYNES HR-120.

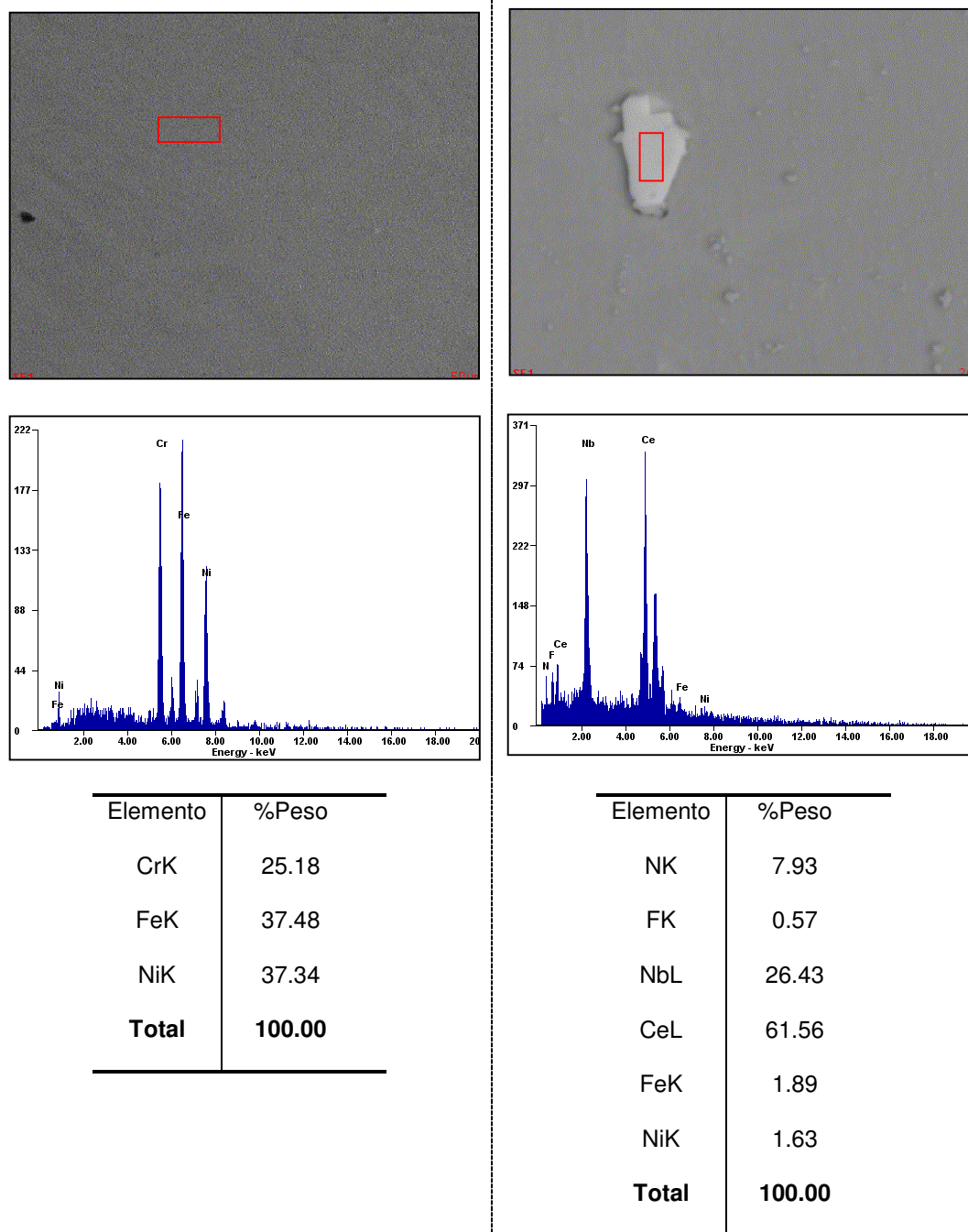


Figura 6.9 Análisis químico semicuantitativo de muestra deformada a 0.65, a 950°C y a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} : a) matriz y b) precipitado.

En los análisis realizados en los precipitados (Figura 6.7, 6.8b y 6.9b) no sólo se encontraron altos contenidos de níquel, hierro y cromo, sino que también una alta concentración de niobio. Estos precipitados se localizan tanto en los límites de grano como intragranularmente (Figuras 6.3 a 6.5).

6.2 Ensayos de compresión en caliente

En la Figura 6.10 se puede observar el efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades mecánicas de las probetas con deformación de 0.65. A una velocidad de deformación menor, el esfuerzo disminuye debido a que el tiempo de deformación es prolongado. Los valores de esfuerzos máximos verdaderos para este set de pruebas se muestran en la TABLA 6.1.

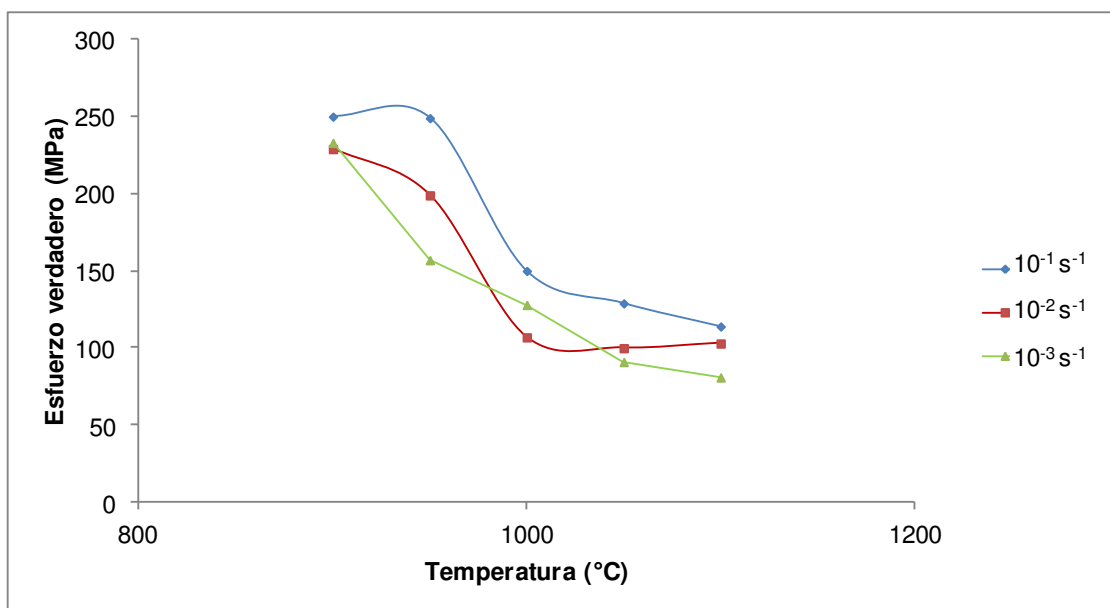


Figura 6.10 Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades mecánicas de las probetas con deformación de 0.65 y a diferentes temperaturas.

TABLA 6.1 Esfuerzo Máximo Verdadero de las probetas con deformación de 0.65, a diferentes temperaturas y velocidades de deformación.

Temperatura (°C)	Velocidad de deformación (s ⁻¹)		
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³
	Esfuerzo Máximo Verdadero (MPa)		
900	250	229	233
950	249	199	157
1000	150	107	128
1050	129	100	91
1100	114	103	81

En el Apéndice C, se muestran las gráficas de esfuerzo - deformación para las distintas velocidades de deformación consideradas para cada una de las temperaturas de compresión.

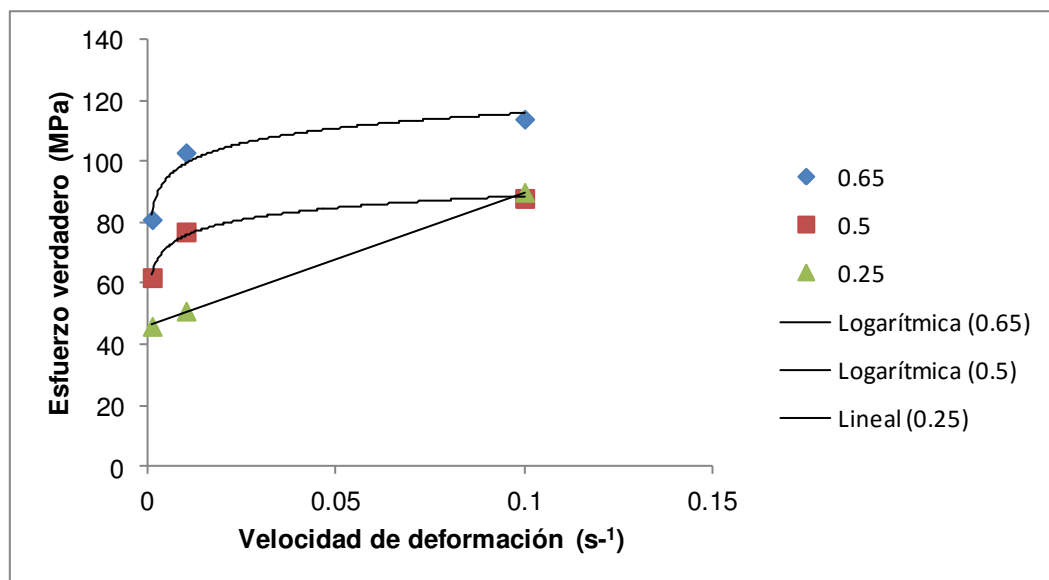


Figura 6.11 Efecto de la deformación verdadera sobre las propiedades mecánicas de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C.

TABLA 6.2 Esfuerzo Máximo Verdadero de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de deformación y deformaciones verdaderas.

Velocidad de deformación (s ⁻¹)	Deformación verdadera		
	0.65	0.5	0.25
	Esfuerzo Máximo Verdadero (MPa)		
10 ⁻¹	114	88	90
10 ⁻²	103	77	51
10 ⁻³	81	62	46

La Figura 6.11 muestra el efecto de la deformación verdadera sobre las propiedades mecánicas de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C. Se observa que conforme incrementa la deformación verdadera, incrementa el esfuerzo, sin embargo el comportamiento varía, para 0.65 y 0.5 de deformación verdadera la relación es logarítmica mientras que para 0.25 es

lineal. Los valores de esfuerzos máximos verdaderos para este set de pruebas se muestran en la TABLA 6.2.

En el Apéndice C, se muestran las gráficas esfuerzo - deformación para las distintas deformaciones verdaderas consideradas para la temperatura de 1100°C.

Los ensayos de compresión llevados a cabo bajo las diferentes condiciones de temperatura y velocidad de deformación, establecen que el esfuerzo requerido para realizar la deformación aumenta debido a la disminución de la temperatura y al incremento de la velocidad de deformación.

Para este material, mientras mayor es el grado de la deformación, la densidad de dislocaciones es más alta, por lo tanto el material obtiene una mayor dureza.

En la sección de apéndices, se pueden encontrar las Figuras D1 a D6, las cuales muestran las curvas de calentamiento para los ensayos de compresión de cada probeta. Dichas temperaturas fueron obtenidas por medio de un termopar tipo K y recopiladas por una tarjeta de adquisición de datos.

6.3 Ensayos de microdureza Vickers

6.3.1 Muestra en condición de vaciado

Se realizaron ensayos de dureza al material en condición de vaciado con el objetivo de encontrar las diferencias entre las propiedades iniciales contra las adquiridas al finalizar los tratamientos térmicos definidos previamente.

TABLA 6.3 Microdureza Vickers de la muestra en condición de vaciado.

CONDICIÓN DE VACIADO	MICRODUREZA VICKERS (HV)
	182

6.3.2 Muestras sin tratamiento térmico vs tratamiento térmico

Las probetas en condición de vaciado fueron separadas en 2 grupos. Ambos grupos pasarían por el ensayo de microdureza Vickers, sin embargo, solo un grupo de probetas sería tratado térmicamente.

La Figura 6.12 muestra el efecto de la velocidad de deformación sobre los valores de microdureza obtenidos en las muestras sin tratamiento térmico. Se observa una tendencia de disminución en los valores de microdureza. Este efecto pudiera ser provocado por la permanencia de las probetas a las diferentes temperaturas de deformación. Los valores de microdureza Vickers para este grupo de muestras se presentan en la TABLA 6.4.

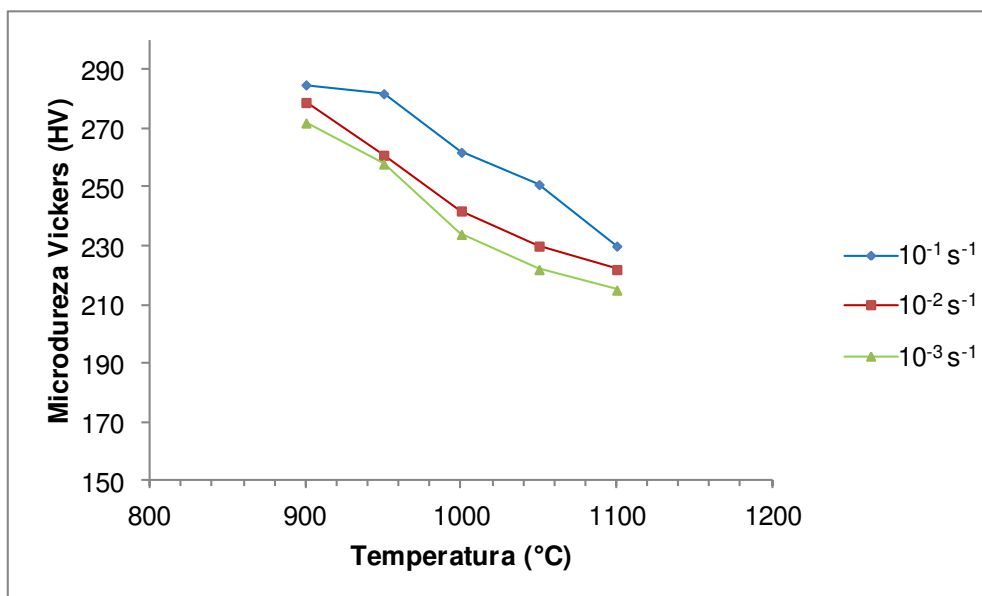


Figura 6.12 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación sobre los valores de microdureza Vickers en las muestras con deformación de 0.65 y sin tratamiento térmico.

TABLA 6.4 Valores de microdureza Vickers de las muestras con deformación de 0.65 y sin tratamiento térmico.

Temperatura (°C)	Velocidad de deformación (s ⁻¹)		
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³
	Microdureza Vickers (HV)		
900	285	279	272
950	282	261	258
1000	262	242	234
1050	251	230	222
1100	230	222	215

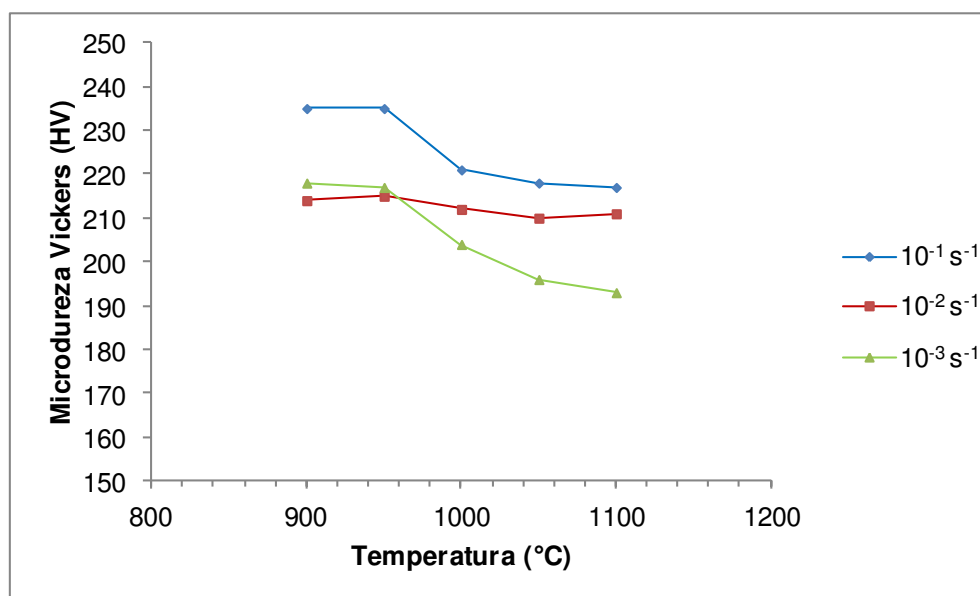


Figura 6.13 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación sobre los valores de microdureza Vickers en las muestras con deformación de 0.65 y con tratamiento térmico.

TABLA 6.5 Valores de microdureza Vickers de las muestras con deformación de 0.65 y con tratamiento térmico.

Temperatura (°C)	Velocidad de deformación (s ⁻¹)		
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³
	Microdureza Vickers (HV)		
900	235	214	218
950	235	215	217
1000	221	212	204
1050	218	210	196
1100	217	211	193

La Figura 6.13 muestra el efecto de la velocidad de deformación sobre los valores de microdureza obtenidos en las muestras con tratamiento térmico. También se observa una tendencia de disminución en los valores de microdureza a partir de los 1000°C, ocasionado por el crecimiento de grano como se muestra en las Figuras 6.8 a 6.10. Los valores de microdureza Vickers para este grupo de muestras se presentan en la TABLA 6.5.

Las muestras que no fueron tratadas térmicamente alcanzaron una mayor dureza en comparación con las tratadas térmicamente. Estos resultados pueden estar relacionados a un alto contenido de energía acumulada debido a una densidad mayor de dislocaciones, promoviendo una mayor dureza en el material sin tratamiento térmico.

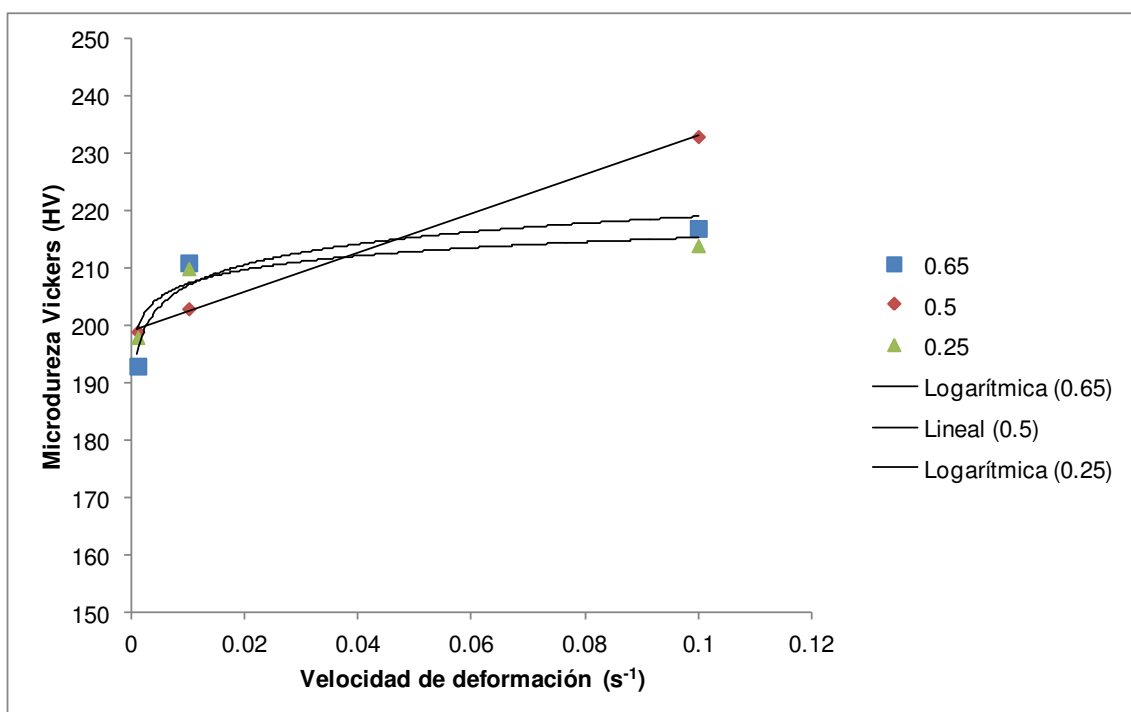


Figura 6.14 Comportamiento de la microdureza Vickers variando la deformación verdadera en las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C y con tratamiento térmico.

TABLA 6.6 Valores de microdureza Vickers de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C y con tratamiento térmico.

Velocidad de deformación (s^{-1})	Deformación verdadera		
	0.65	0.5	0.25
	Microdureza Vickers (HV)		
10^{-1}	217	233	214
10^{-2}	211	203	210
10^{-3}	193	199	198

La Figura 6.14 muestra el comportamiento de la microdureza al variar el grado de deformación verdadera en las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C y que fueron tratadas térmicamente. Se observa que para las muestras expuestas a una deformación verdadera de 0.25 y 0.65 y diferentes velocidades de deformación, el comportamiento es logarítmico. Esto difiere con la muestra con deformación verdadera de 0.5, la cual exhibe una relación lineal, que puede atribuirse a que la microestructura es más homogénea (Figura 6.6). Los valores de microdureza Vickers para este grupo de muestras se presentan en la TABLA 6.6.

6.4 Difracción de Rayos X

El material en condición de vaciado también fue analizado mediante difracción de rayos X. En la Figura 6.15 se muestra el difractograma para dicha condición obtenido en un rango de análisis de 20 a 100 grados.

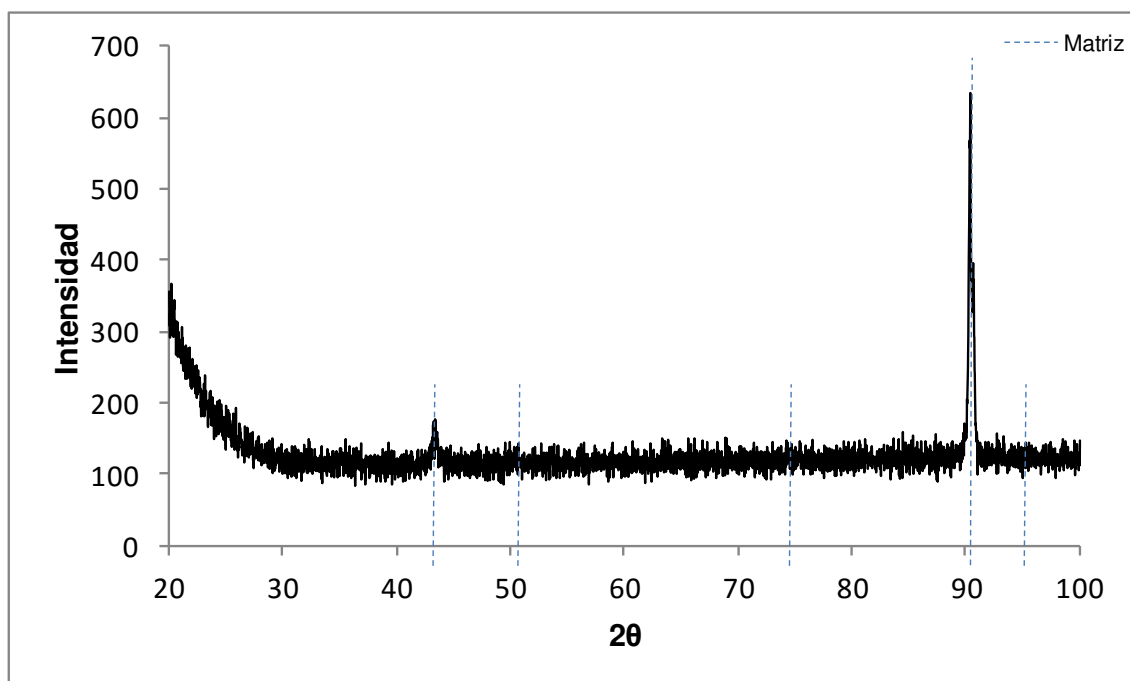


Figura 6.15 Difractograma del material en condición de vaciado.

En la Figura 6.16 se presenta el difractograma para la muestra con deformación de 0.65, a una temperatura de 900°C y a una velocidad de deformación 10^{-1} s^{-1} . Se observan diferencias en comparación al anterior; esto se puede atribuir a la deformación cristalográfica que se realizó en los planos, se aprecia que el ángulo no cambió, pero si la intensidad y el ancho de los picos.

Para identificar a qué material o fase pertenecían las reflexiones que se observan en los difractogramas, se utilizó el programa incluido en el equipo, con el cual se determinó, de acuerdo a la base de datos, que los picos presentes corresponden a la matriz austenítica.

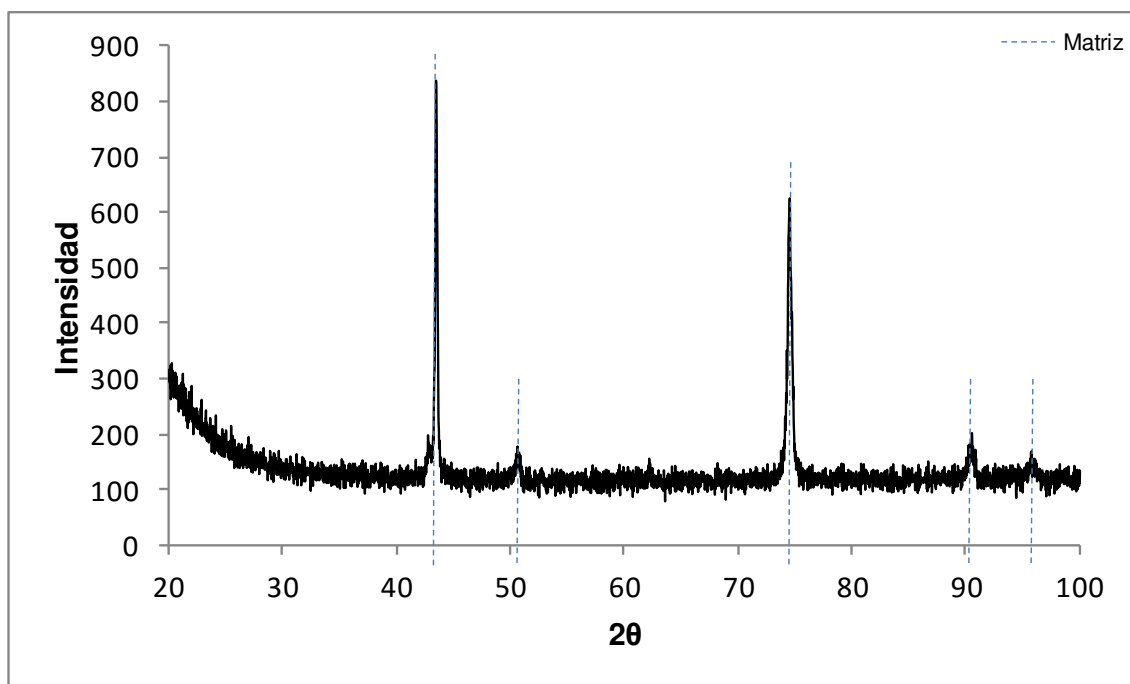


Figura 6.16 Difractograma de la muestra con deformación de 0.65, a una temperatura de 900°C y a una velocidad de deformación 10^{-1} s^{-1} .

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 Conclusiones

- En las probetas deformadas a 0.65, se observó que al disminuir la velocidad de deformación, también lo hace el esfuerzo, lo que puede ser provocado por la permanencia prolongada a la temperatura de deformación. Este comportamiento también se observa para las probetas deformadas a 0.25 y 0.5.
- Para las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C, al disminuir la deformación verdadera el esfuerzo disminuye y conforme aumenta la velocidad de deformación el esfuerzo aumenta. A condiciones de deformación de 0.65 se obtuvieron valores comprendidos en un rango de 114 a 81 MPa, mientras que para las deformaciones de 0.25 y 0.5 se presentaron valores por debajo de 90 MPa.
- Se observó que conforme incrementa el nivel de deformación verdadera también incrementa el esfuerzo, sin embargo el comportamiento varía, a deformaciones verdaderas de 0.65 y 0.5 se presentó un comportamiento logarítmico mientras que a 0.25 un comportamiento lineal.

- Por otro lado, se encontró que los valores de microdureza para las muestras que fueron deformadas a una velocidad de 10^{-1}s^{-1} fueron ligeramente más altos, debido a que el movimiento de las dislocaciones es más rápido lo que provoca el endurecimiento del material.
- Los valores de microdureza obtenidos en las muestras sin tratamiento térmico tienden a disminuir conforme la velocidad de deformación disminuye, debido a que el tiempo de exposición a las temperaturas de deformación fue más prolongado.
- Las muestras deformadas a 900 y 950°C y tratadas térmicamente presentaron valores de dureza muy similares, mientras que a partir de 1000°C se observó una disminución en los valores de microdureza debido a un crecimiento de grano.
- Las muestras con una deformación de 0.65 obtuvieron valores de microdureza ligeramente mayores que las muestras deformadas a 0.25 y 0.5. Esto se debe a que cuando se aplica una deformación mayor la densidad de dislocaciones es más alta, por lo tanto el material obtiene una mayor dureza.
- Las muestras que no fueron sometidas a tratamiento térmico obtuvieron valores de microdureza superiores en comparación con las muestras tratadas térmicamente. Estos resultados pueden estar relacionados a un alto contenido de energía acumulada debido a una densidad mayor de dislocaciones, promoviendo una mayor dureza en el material sin tratamiento térmico.
- Se encontró que la condición de vaciado del lingote afectó el comportamiento mecánico de la aleación en pruebas de compresión, pues dificultó la homogenización de la microestructura. Los resultados de

las pruebas de compresión mostraron que la muestra con condiciones de 0.5 de deformación, a 1100°C (temperatura a la cual se lleva comúnmente el proceso de rolado de anillos para este material), y 10^{-1} s^{-1} de velocidad de deformación, presenta una morfología de grano más homogéneo y equiaxial en comparación con las muestras ensayadas a esta misma temperatura. Esta muestra presentó una dureza de 233 HV, que representa el valor más alto para el set de pruebas realizadas a dicha temperatura.

7.2 Recomendaciones

Realizar una investigación sobre las propiedades del material después de haber pasado por el proceso de producción comercial, en donde se caractericen sus propiedades mecánicas a diferentes condiciones de operación real.

Mediante Microscopía Electrónica de Transmisión, determinar el tipo de precipitados que se presentan durante el tratamiento térmico.

Variar el tiempo en los tratamientos térmicos para determinar parámetros óptimos de proceso.

Determinar el tamaño de grano cuantitativamente.

7.3 Contribución científica y tecnológica

La aleación estudiada en la presente investigación es parte de una minoría de la cual existe muy poca información y por lo tanto, no se conocen completamente las ventajas y desventajas potenciales con las que cuenta. Esto causa que los ingenieros encargados de los procesos de manufactura no cuenten con toda la información del comportamiento mecánico de la aleación HAYNES HR-120, lo que puede llegar a impedir el procesamiento óptimo del

material en condición de vaciado para obtener mejores propiedades, de acuerdo a la aplicación requerida, del producto final. Este trabajo aporta una pequeña parte de información desconocida hasta ahora en la literatura lo que la hace pública y accesible de forma.

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 2

Figura 2.1 Distribución típica de los materiales utilizados en un <i>Jet Engine</i> . Modificada [2].	15
Figura 2.2 Proceso de desarrollo de las superaleaciones a partir de 1940. Modificada [8].	17
Figura 2.3 Elementos utilizados en superaleaciones base níquel. Los elementos benéficos de menor concentración están marcados con un patrón de líneas cruzadas, mientras que los elementos perjudiciales tienen un patrón horizontal. Modificada [4].	21
Figura 2.4 Estructura cristalina de la matriz austenítica (γ) [13].	24
Figura 2.5 a) Estructura cristalina de la fase gamma prima (γ'). Los átomos de níquel están localizados en el centro de las caras y los átomos de aluminio en las aristas [13] y b) Fase γ' en aleación U-700 tratada térmicamente. Magnificación 6000X [4].	25
Figura 2.6 a) Estructura cristalina de la fase gamma segunda (γ'') [13].	26
Figura 2.7 Fase sigma después de un tratamiento térmico de 3000 horas en la superaleación base níquel U-700. Diferentes temperaturas de exposición fueron utilizadas; probablemente fue expuesta a 816°C (1500°F). Reactivo Kalling; 400X. Modificada [4].	30
Figura 2.8 Soluciones sólidas: a) sustitucional y b) intersticial [5].	32

Figura 2.9 a) Diagrama de fase de un sistema de aleación formada por los metales A y B que pueden endurecerse por precipitación [5]; y b) Microestructuras desarrolladas durante el proceso de endurecimiento por precipitación. Modificada [38].	35
Figura 2.10 Efecto de la temperatura y el tiempo durante el endurecimiento por precipitación (envejecimiento): a) alta temperatura de precipitación y b) baja temperatura de precipitación [5].	36
Figura 2.11 Diagrama de flujo del procesamiento de superaleaciones. Modificada [2].	38
Figura 2.12 Esquema del horno de arco eléctrico. Modificada [4].	40
Figura 2.13 Esquema del horno de fusión por inducción al vacío. Modificada [4].	42
Figura 2.14 Esquema del horno de refusión por arco eléctrico. Modificada [4].	43
Figura 2.15 Esquema del horno de refusión por electroescoria [38].	44
Figura 2.16 Operaciones básicas utilizadas en la conversión del lingote. Modificada [4].	46

CAPÍTULO 3

Figura 3.1 a) Procesos de deformación volumétrica y b) Procesos empleados para el formado de láminas metálicas [6].	52
Figura 3.2 Tres tipos de forja ilustrados por diagramas de sección transversal: a) forjado en dado abierto, b) forjado en dado cerrado y c) forjado sin rebaba [5].	56
Figura 3.3 a) Producción de preforma y b) Proceso de rolado de anillos. Modificada [51].	59

Figura 3.4 Cambios microestructurales durante el conformado en caliente. Modificada [53].	61
Figura 3.5 Diferentes etapas de la restauración dinámica para un material deformado: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos y e) su crecimiento [52].	62
Figura 3.6 Representación esquemática de la recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación [52].	63
Figura 3.7 Efectos de la recuperación, la recristalización y el crecimiento del grano en las propiedades mecánicas y en la forma y el tamaño de los granos. Modificada [57].	66

CAPÍTULO 4

Figura 4.1 a) Palanquilla cilíndrica sólida recalcada entre dos dados planos, b) Deformación uniforme de la palanquilla sin fricción y c) Deformación con fricción; obsérvese el abarreamiento de la palanquilla causado por las fuerzas de fricción en las interfases de la palanquilla con el dado. Modificada [53].	68
Figura 4.2 Esquema de un microscopio electrónico de barrido [62].	71
Figura 4.3 Esquema general del efecto del haz de electrones sobre una muestra [62].	72

CAPÍTULO 5

Figura 5.1 Sección cortada del lingote de HAYNES HR-120.....	75
Figura 5.2 Esquema general del procedimiento experimental.	76
Figura 5.3 Dimensiones de las probetas.....	76
Figura 5.4 Máquina universal SHIMADZU AG-X.	79
Figura 5.5 Horno de mufla Thermo Scientific.....	80
Figura 5.6 Preparación de muestras: a) Cortadora de discos de carburo de tungsteno STRUERS modelo Secotom-10, b) Montadora STRUERS modelo CitoPress-10 y c) Pulidora STRUERS modelo TegraPol-25.....	81
Figura 5.7 Ataque químico realizado a una muestra.....	82
Figura 5.8 a) Microscopio Óptico ZEISS modelo Axia Observer.Z1m, b) Microscopio Electrónico de Barrido y EDX JEOL modelo JSM-G510LV.....	82
Figura 5.9 Equipo de Difracción de rayos-X BRUKER.....	83
Figura 5.10 Microdurómetro SCHIMADZU.	83

CAPÍTULO 6

Figura 6.1 Micrografía óptica de la muestra en condición de vaciado.	85
Figura 6.2 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.	86
Figura 6.3 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.....	88

Figura 6.4 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.....	89
Figura 6.5 Micrografías de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con tratamiento térmico, a) Microscopio Óptico y b) Microscopio Electrónico de Barrido.....	90
Figura 6.6 Micrografías de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C , a diferentes velocidades de deformación, con deformaciones de 0.25, 0.5 y 0.65 y con tratamiento térmico.....	91
Figura 6.7 Análisis químico semicuantitativo de muestras deformadas a 0.65; a) a 900°C y a una velocidad 10^{-3} s^{-1} , y b) a 1050°C y a una velocidad 10^{-1} s^{-1}	92
Figura 6.8 Análisis químico semicuantitativo de muestra deformada a 0.65, a 1000°C y a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} : a) matriz y b) precipitado.....	93
Figura 6.9 Análisis químico semicuantitativo de muestra deformada a 0.65, a 950°C y a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} : a) matriz y b) precipitado.....	94
Figura 6.10 Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades mecánicas de las probetas con deformación de 0.65 y a diferentes temperaturas.....	95
Figura 6.11 Efecto de la deformación verdadera sobre las propiedades mecánicas de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C	96
Figura 6.12 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación sobre los valores de microdureza Vickers en las muestras con deformación de 0.65 y sin tratamiento térmico.....	99

Figura 6.13 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación sobre los valores de microdureza Vickers en las muestras con deformación de 0.65 y con tratamiento térmico.....	100
Figura 6.14 Comportamiento de la microdureza Vickers variando la deformación verdadera en las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C y con tratamiento térmico.	101
Figura 6.15 Difractograma del material en condición de vaciado.	102
Figura 6.16 Difractograma de la muestra con deformación de 0.65, a una temperatura de 900°C y a una velocidad de deformación 10^{-1} s^{-1}	103

APÉNDICE A

Figura A1 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.	125
Figura A2 Micrografía óptica de la muestra deformada a una temperatura de 1000°C, a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con deformación verdadera de 0.65.....	126
Figura A3 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.	127
Figura A4 Micrografía óptica de la muestra deformada a una temperatura de 1000°C, a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con deformación verdadera de 0.65.....	128

APÉNDICE B

Figura B1 Micrografías de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de	
--	--

deformación y con deformaciones de a) 0.25 y b) 0.50.

Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido..... 129

APÉNDICE C

Figura C1 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} y con deformación de 0.65..... 130

Figura C2 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} y con deformación de 0.65..... 131

Figura C3 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.65..... 132

Figura C4 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.65..... 133

Figura C5 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.5..... 134

Figura C6 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.25..... 135

APÉNDICE D

Figura D1 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} 137

Figura D2 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C , con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} 137

Figura D3 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1}	138
Figura D4 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C, con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1}	138
Figura D5 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1}	139
Figura D6 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C, con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1}	139

LISTA DE TABLAS

CAPÍTULO 2

TABLA 2.1 Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones. Modificada [4].	18
TABLA 2.2 Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones Modificada [4].	19
TABLA 2.3 Composición nominal de HAYNES HR-120 (% en peso). Modificada [39].	49

CAPÍTULO 3

TABLA 3.1 Ventajas y desventajas del trabajo en frío [5].	53
TABLA 3.2 Ventajas y desventajas del trabajo en caliente [49].	55

CAPÍTULO 5

TABLA 5.1 Composición química de la superaleación HAYNES HR-120.	75
TABLA 5.2 Diseño de pruebas mecánicas.	78

CAPÍTULO 6

TABLA 6.1 Esfuerzo Máximo Verdadero de las probetas con deformación de 0.65, a diferentes temperaturas y velocidades de deformación.	95
--	----

TABLA 6.2 Esfuerzo Máximo Verdadero de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de deformación y deformaciones verdaderas.....	96
TABLA 6.3 Microdureza Vickers de la muestra en condición de vaciado.....	98
TABLA 6.4 Valores de microdureza Vickers de las muestras con deformación de 0.65 y sin tratamiento térmico.....	99
TABLA 6.5 Valores de microdureza Vickers de las muestras con deformación de 0.65 y con tratamiento térmico.....	100
TABLA 6.6 Valores de microdureza Vickers de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C y con tratamiento térmico.....	101

APÉNDICE C

TABLA C1 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1}	130
TABLA C2 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1}	131
TABLA C3 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1}	132
TABLA C4 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.65.....	133
TABLA C5 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.5.....	134
TABLA C6 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.25.....	135

REFERENCIAS

1. ASM International, Properties of Superalloys, ASM Speciality Handbook *Heat-Resistant Materials*, ASM International, 1997.
2. Campbell F. C., *Manufacturing technology for aerospace structural materials*, Elsevier, 2006.
3. Reed R., *The superalloys fundamentals and applications*, Cambridge, 2006.
4. Donachie M., Donachie S., *Superalloys: A technical guide*, 2nd ed., ASM International, 2002.
5. Groover M., *Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas*, Prentice-Hall Hispanoamericana, 1997.
6. Kalpakjian S., Schmid, S., *Manufactura, Ingeniería y Tecnología Volumen 1*, 7^a ed., Pearson, 2014.
7. ASM International, ASM Handbook Volume 1 *Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys*, 10th ed., ASM International, 1990.
8. Jin T., Zhou Y., Wang X., et al., Research process on microstructural stability and mechanical behavior of advanced Ni-based single crystal superalloys, *Acta Metallurgica Sinica*, Vol. 51, No. 10, 2015, pp. 1153-1162.
9. Molera S. P., *Tratamientos térmicos de los metales*, Marcombo, 1991.
10. Sims C., *A History of Superalloy Metallurgy for Superalloys Metallurgists*, General Electric Company, Estados Unidos, 1984.
11. Sims C., Stoloff N., Hagel W., *Superalloys II*, Wiley-Interscience, 1987.
12. García A., *Estudio de fases de una aleación base Ni-Fe variando condiciones de deformación en caliente*, Tesis de Maestría, Facultad de

Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2010.

13. Estructuras cristalinas [Consultado el: 30 de Enero de 2016]
<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/nickel.html>
14. de la Garza M., Lara A.V., Guerrero M.P., Grain boundary precipitation during thermomechanical processing of a nanostructured Fe-Ni based superalloy, *Revista Mexicana de Física*, Vol. 55, No.1, 2009, pp. 6-9.
15. Guo X., Kusabiraki K. Saji S., Intragranular precipitates in Incoloy alloy 909, *Scripta Materialia*, Vol. 44, No. 1, 2001, pp. 55-60.
16. Kusabiraki K., Amada E., Ooka T., Precipitation and Growth of γ' Phase in an Fe-38-Ni-13Co-4.7Nb Superalloy, *ISIJ International*, Vol. 36, No. 2, 1996, pp. 208-214.
17. Ducki K., Hetmanczyk M., Kuc D., Analysis of the precipitation process of the intermetallic phases in a high-temperature Fe-Ni austenitic alloy, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 81, 2003, pp. 490-492.
18. Ges A., Palacio H., Sikora J., Cinética de crecimiento de fases metaestables (γ') en superaleaciones base níquel, *Asociación Argentina de Materiales*, Vol. 3, No. 1, 2006, pp. 15-24.
19. Peretti M., Versaci R.A., Ges A. y Somoza A., Comparación de la fase gamma prima, en aleaciones de base níquel, sometidas a diferentes tratamientos térmicos, *Jornadas SAM - CONAMET - AAS 2001*, 2001, pp. 381-386.
20. Yoo Y., Morphological instability of spherical γ' precipitates in a nickel base superalloy, *Scripta Materialia*, Vol. 53, 2005, pp. 81-85.
21. Gao M., Wei R., Grain boundary γ'' and niobium segregation in Inconel 718, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 32, No. 7, 1995, pp. 987-990.
22. Li R., Yao M., Liu W., He X., Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy, *Scripta Materialia*, Vol. 46, 2002, pp. 635-638.

23. Ping D., Gu Y., Cui C., Harada H., Grain boundary segregation in a Ni–Fe-based (Alloy 718) superalloy, *Materials Science and Engineering*, Vol. A 456, 2007, pp. 99–102.
24. Thomas A., El-Wahabi M., Cabrera J., Prado J., High temperature deformation of Inconel 718, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 177, 2006, pp. 469-472.
25. Sun W., Guo S., Lu D., Hu Z., Effect of sulfur on the solidification and segregation in Inconel 718 alloy, *Materials Letters*, Vol. 31, 1997, pp. 195-200.
26. Cui C., Gu Y., Ping D., Harada H., Fukuda T., The evolution of η phase in Ni–Co base Superalloys, *Materials Science and Engineering*, Vol. A 485, 2008, pp. 651–656.
27. Li X., Zhanga J., Ronga L., Lia Y., Cellular η phase precipitation and its effect on the tensile properties in an Fe–Ni–Cr alloy, *Materials Science and Engineering*, Vol. A488, 2008, pp. 547-553.
28. Kusabiraki K., Amada E., Ooka T., Saji S., Epsilon and eta phases precipitated in an Fe-38Ni-13Co-4.7Nb-1.5Ti-0.4Si superalloy, *ISIJ International*, Vol. 37, No. 1, 1997, pp. 80-86.
29. Liu W., Xiao F., Yao M., Chen Z., Jiang Z., Wang S., The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy, *Scripta Materialia*, Vol. 37, No.1, 1997, pp. 53-57.
30. Saied Azadian S., Wei L., Richard Warren R., Delta phase precipitation in Inconel 718, *Materials characterization*, Vol. 53, 2004, pp. 7-16.
31. Cai D, Zhang W., Nie P., Liu W., Yao M., Dissolution kinetics of δ phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718, *Materials characterization*, Vol. 58, 2007, pp. 220-225.
32. Yuan H., Liu W., Effect of the δ phase on the hot deformation behavior of Inconel 718, *Materials Science and Engineering*, Vol. A 408, 2005, pp. 281-289.
33. Gao M., Wei R., Grain boundary niobium carbides in Inconel 718, *Scripta Materialia*, Vol. 37, No. 12, 1997, pp. 1843-1849.

34. ASM International, ASM Handbook Volume 9 *Metallography and Microstructures*, ASM International, 2004.
35. Smith W., Hashemi J., *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*, 4a ed., McGraw-Hill, 2006.
36. Askeland D. R., *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Grupo Editorial Iberoamérica, 1987.
37. Askeland D. R., Phulé P. P., *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 4ª ed., International Thomson Editores, 2004.
38. Esquema del horno de refusión por electroescoria [Consultado el: 15 de Febrero de 2016]
<http://knifesol.mx/proceso-de-produccion-de-acero-especial/>
39. Haynes International Inc., *Fabrication of Haynes® HR-120® alloy*, 1992.
40. Haynes International Inc., *Fabrication of Haynes® and Hastelloy® Solid Solution Strengthened High Temperature Alloys*, 2002.
41. Patel S., A century of discoveries Inventors and new nickel alloys, *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, Vol. 58, No. 9, pp. 18-20, 2006.
42. Pike L., 100+ years of wrought alloy development at Haynes International, *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2014.
43. Chen L.J., Liaw P.K., McDaniels R.L., Klarstrom D.L., The Low-Cycle Fatigue and Fatigue-Crack-Growth Behavior of HAYNES® HR-120 Alloy, *Metallurgical And Materials Transactions A*, Vol. 34A, pp. 1451-1460, 2003.
44. Covarrubias O., Colás R., New Heat Treatment Temperatures for HR-120TM Alloy, *Proceedings of the 26th ASM Heat Treating Society Conference*, 2011.
45. Gleeson B. , Harper M. A., The Long-Term, Cyclic-Oxidation Behavior of Selected Chromia-Forming Alloys, *Oxidation of Metals*, Vol. 49, pp. 373-399, 1998.

46. He Y.H., Chen L.J., Liaw P.K., McDaniels R.L., Brooks C.R., Seeley R.R., Klarstrom D.L., Low-cycle fatigue behavior of Haynes® HR-120® alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol. 24, pp. 931-942, 2002.
47. Jiang L., Wang H., Liaw P.K., Brooks C.R., Chen L., Klarstrom D.L., Temperature Evolution and Life Prediction in Fatigue of Superalloys, *Metallurgical And Materials Transactions A*, Vol. 35A, pp. 839-848, 2004.
48. Wang H., Jiang L., He Y.H., Chen L.J., Liaw P.K., Seeley R.R., Klarstrom D.L., Infrared Imaging during Low-Cycle Fatigue of HR-120 Alloy, *Metallurgical And Materials Transactions A*, Vol. 33A, pp. 1287-1292, 2002.
49. Salán M., *Tecnología de proceso y transformación de materiales*, UPC, 2005.
50. ASM International, Ring Rolling, ASM Handbook Volume 14 *Forming and Forging*, 9th ed., ASM International, 1998.
51. Martínez C., *Efectos microestructurales en los procesos de deformado en caliente y tratamiento térmico en la aleación Inconel 909*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2008.
52. Wahabi M., *Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI - 304*, Tesis Doctoral, Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica de Catalunya, 2002.
53. Kalpakjian S., Schmid, S., *Manufacturing, Engineering and Technology*, Prentice-Hall, 2001.
54. Reyes L., *Modelado de la evolución microestructural durante forja en caliente*, Tesis Doctoral, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2013.
55. Montheillet F., Thomas J., Dynamic recrystallization of low stacking fault energy metals, *Metallic Materials with High Structural Efficiency*, pp 357–368, 2004.

56. Avner S., *Introducción a la Metalurgia Física*, 2ª ed., McGraw-Hill, 1988.
57. Callister W. D., *Materials Science and Engineering an Introduction*, 7th ed, John Wiley & Sons Inc., 2007.
58. Callister W. D., *Introducción a la Ingeniería de los Materiales*, Editorial Reverté, 1995.
59. Técnicas de caracterización: Conceptos generales [Consultado el: 22 de Abril de 2016]
http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2681/IV_-_T%C3%A9nicas_de_caracterizaci%C3%B3n._Conceptos_generales.pdf?sequence=8
60. Dieter G. E., *Mechanical Metallurgy*, 1988.
61. Newell J., *Ciencia de los Materiales: Aplicaciones en Ingeniería*, Alfaomega, 2011.
62. Microscopía Electrónica de Barrido [Consultado el: 22 de Abril de 2016]
<http://ssyf.ua.es/es/formacion/documentos/cursos-programados/2012/especifica/tecnicas-instrumentales-en-el-analisis-de-superficie/sem-sesion-12-de-noviembre.pdf>
63. Microscopía Electrónica de Barrido [Consultado el: 22 de Abril de 2016]
<http://servicios.fis.puc.cl/sem/microscopio.html>
64. González G., *Análisis microestructural de una superaleación Fe-Ni-Co bajo diferentes condiciones térmicas y mecánicas*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2010.
65. Villalón N., *Evaluación microestructural de superaleación ATI 718 Plus® sometida a diferentes procesos termomecánicos*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2011.
66. Fundamentos de Microscopía Electrónica [Consultado el: 22 de Abril de 2016]
http://ocw.um.es/gat/contenidos/ubero/microscopia/material_clase/Sesion_Teorico-04.pdf

67. Pérez F., *Oxidación a alta temperatura y bajo diferentes ambientes de una superaleación base níquel*, Tesis Doctoral, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2014.
68. Sturla A., *Tratamientos térmicos de los aceros Tomo I*, Nueva Librería, 2002.
69. Gil L., Arenas F., Martínez M., Velásquez F., Efecto de la adición de tierras raras en resistencia a la oxidación en aire de los aceros inoxidables AISI 310S y AVESTA 253MA, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, Vol. 19, pp. 73-79, 1999.
70. Sirvent G., *El Mercado de "tierras raras": un mercado estratégico*, [Consultado el: 28 de Marzo de 2016]
http://www.ieee.es/Galerias/fichero/docs_opinion/2012/DIEEE072-2012_MercadoTierrasRaras_GSirventZ.pdf
71. Canales C., *Análisis microestructural de una superaleación HAYNES 242 bajo diferentes procesos termo-mecánicos*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2013.
72. Castillo J., *Estudio termo-mecánico de una superaleación base níquel de cuarta generación utilizando dos métodos de fusión y determinación del diagrama tiempo-precipitación*, Tesis Doctoral, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2015.
73. Páramo P., *Caracterización microestructural y mecánica de una aleación INCONEL 718 con deformación termomecánica a diferentes condiciones*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 2011.

APÉNDICE A

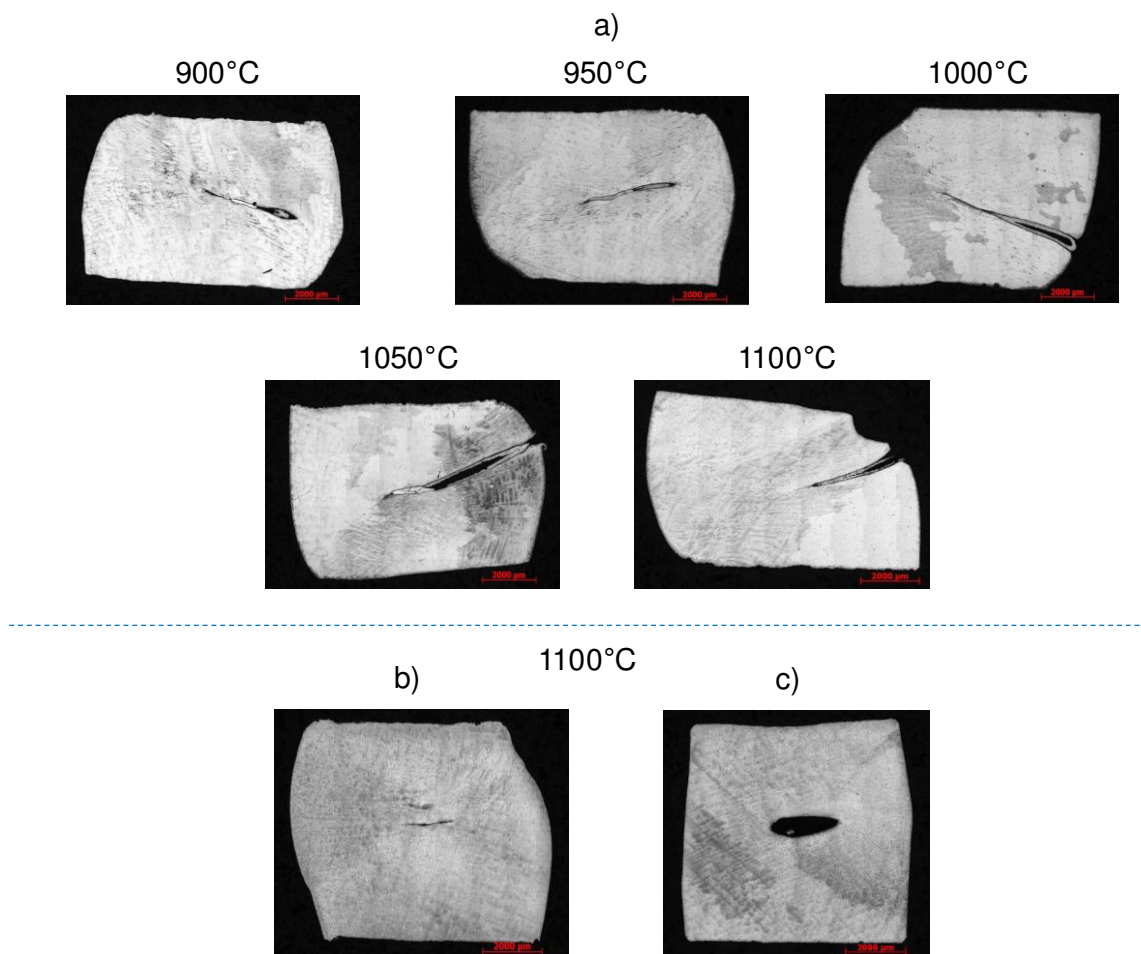


Figura A1 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.

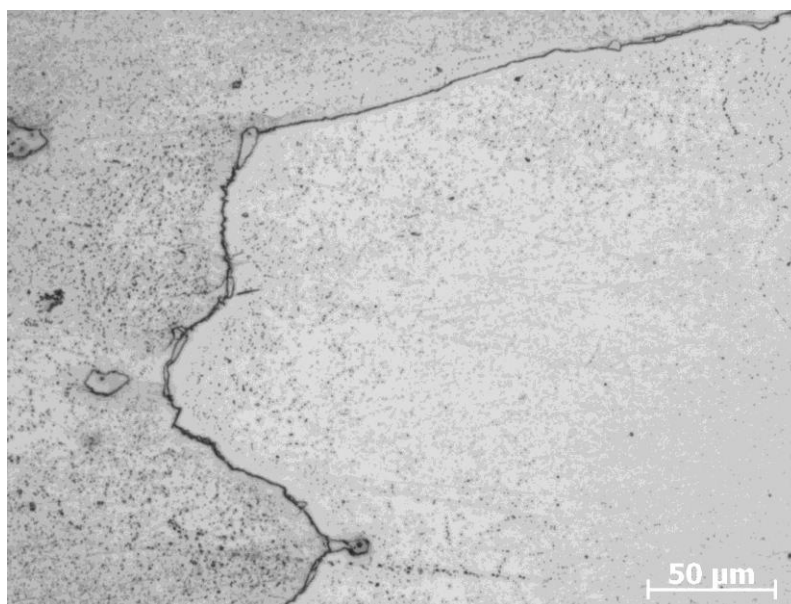


Figura A2 Micrografía óptica de la muestra deformada a una temperatura de 1000°C, a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} y con deformación verdadera de 0.65.

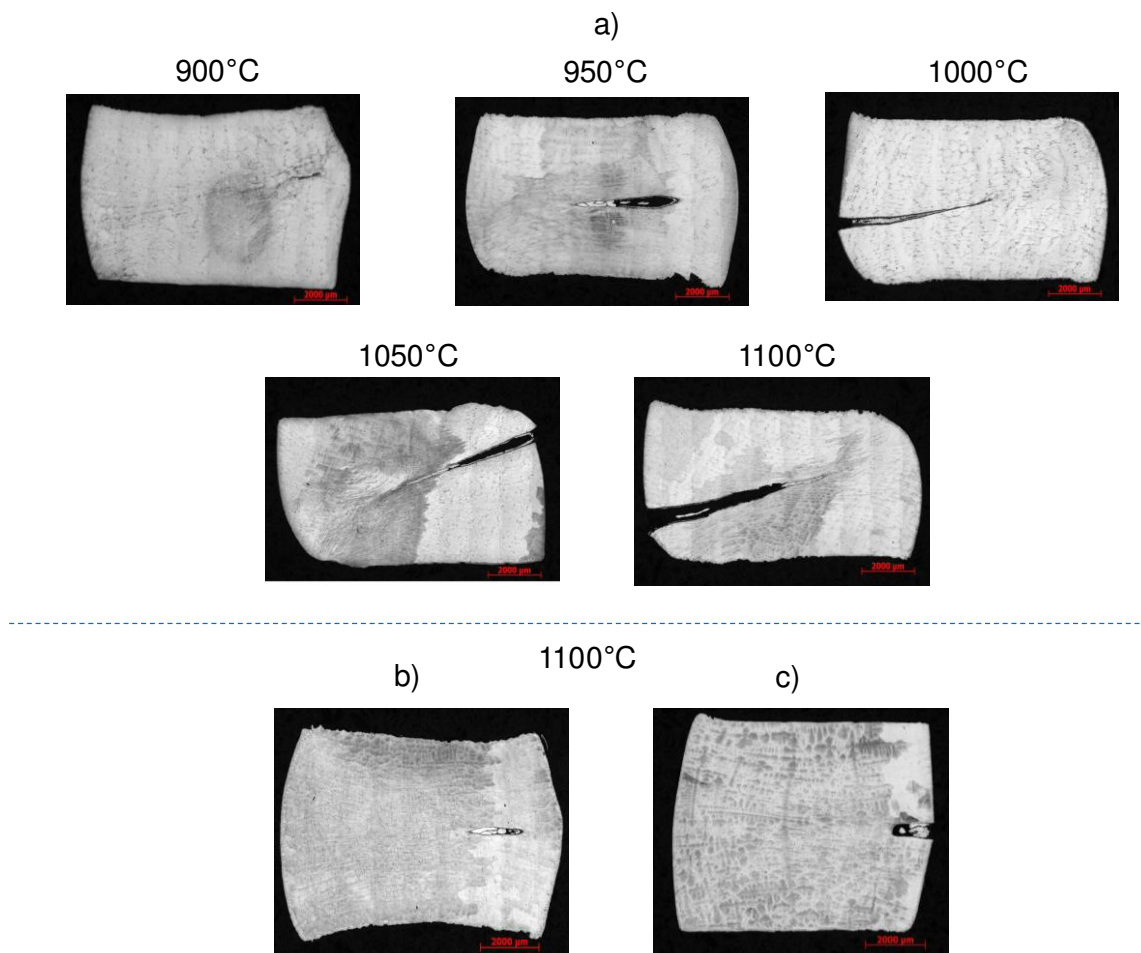


Figura A3 Micrografías ópticas de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con deformación verdadera de: a) 0.65, b) 0.5 y c) 0.25.

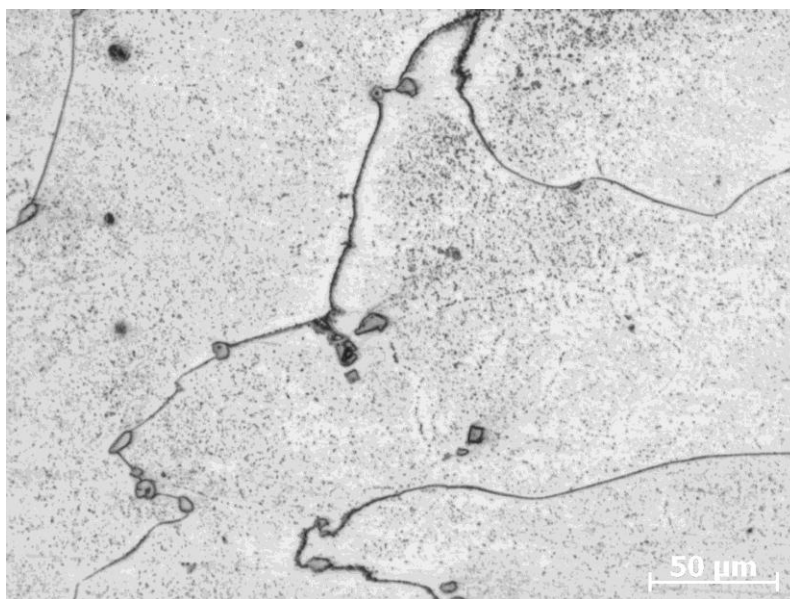


Figura A4 Micrografía óptica de la muestra deformada a una temperatura de 1000°C, a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y con deformación verdadera de 0.65.

APÉNDICE B

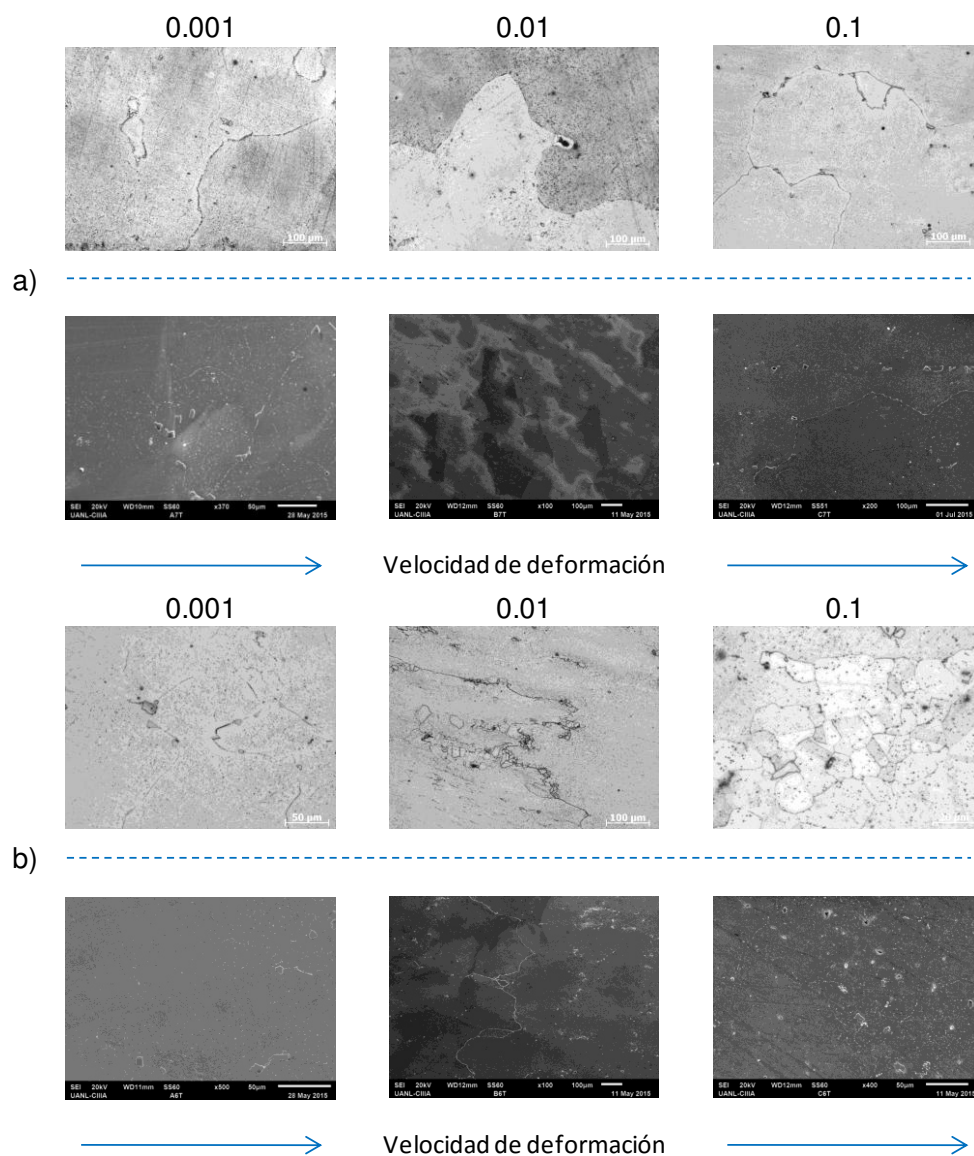


Figura B1 Micrografías de las muestras deformadas a una temperatura de 1100°C, a diferentes velocidades de deformación y con deformaciones de a) 0.25 y b) 0.50.

Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido.

APÉNDICE C

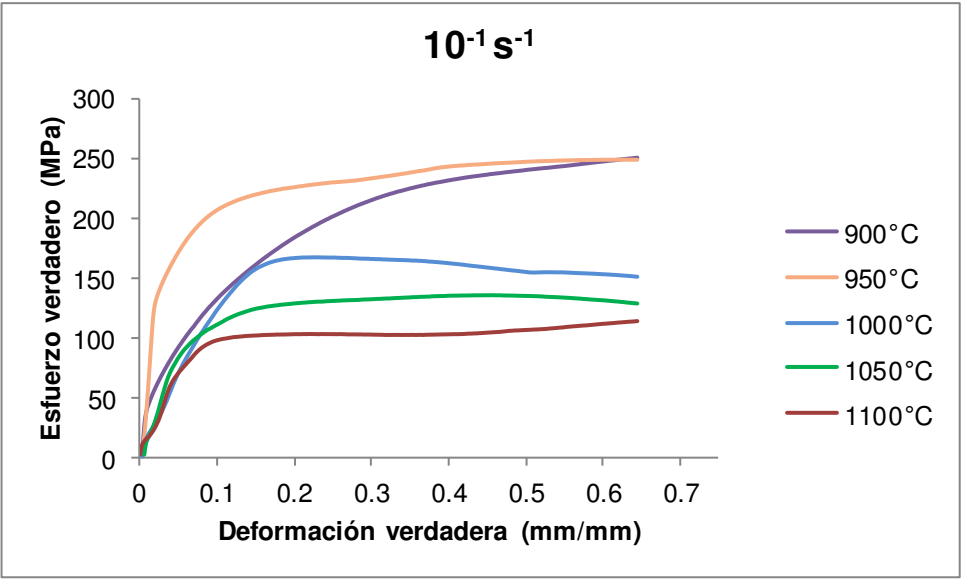


Figura C1 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} y con deformación de 0.65.

TABLA C1 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s ⁻¹)	Temperatura (°C)	(MPa)
10 ⁻¹	900	250
	950	249
	1000	150
	1050	129
	1100	114

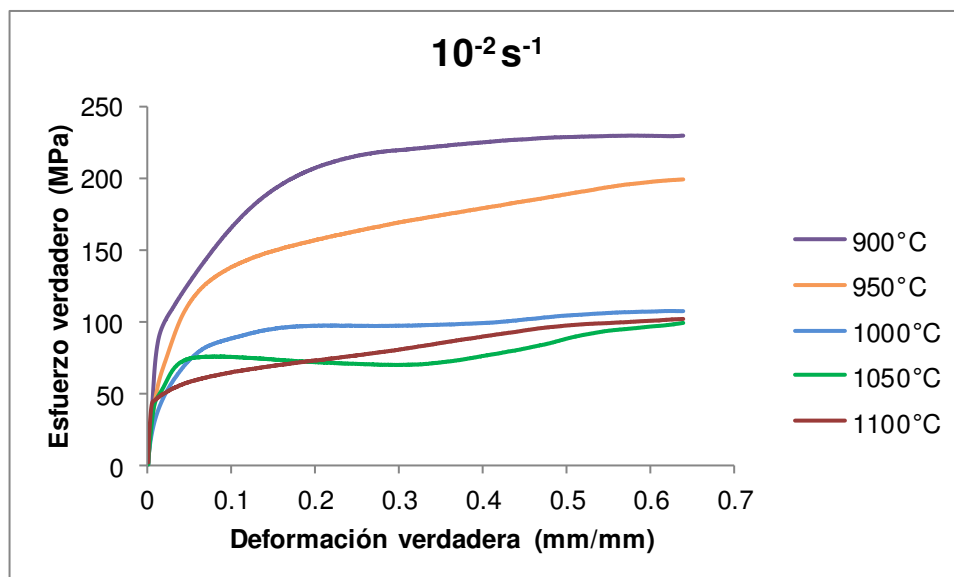


Figura C2 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} y con deformación de 0.65.

TABLA C2 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} .

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s^{-1})	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	(MPa)
10^{-2}	900	229
	950	199
	1000	107
	1050	100
	1100	103

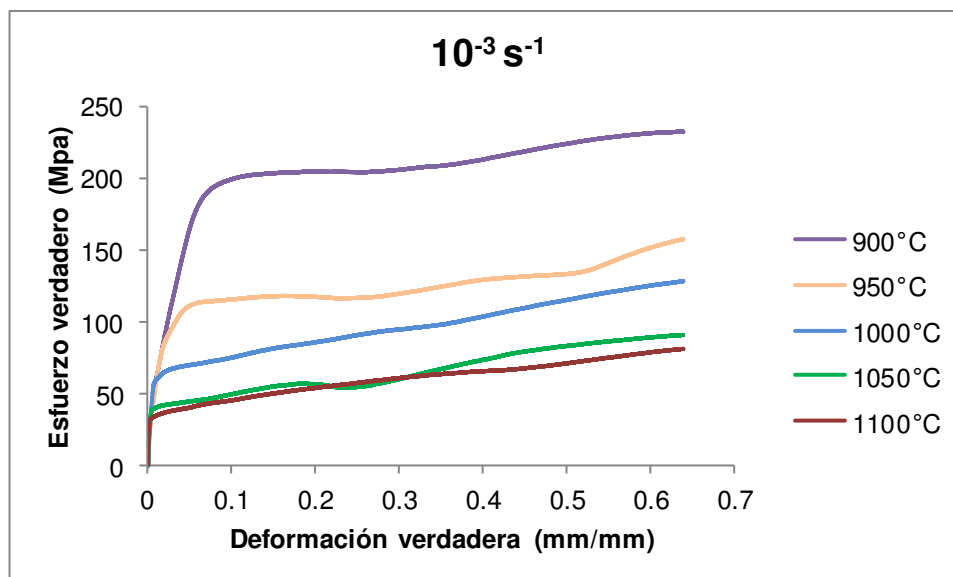


Figura C3 Ensayos de compresión en caliente a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.65.

TABLA C3 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} .

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s^{-1})	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	(MPa)
10^{-3}	900	233
	950	157
	1000	128
	1050	91
	1100	81

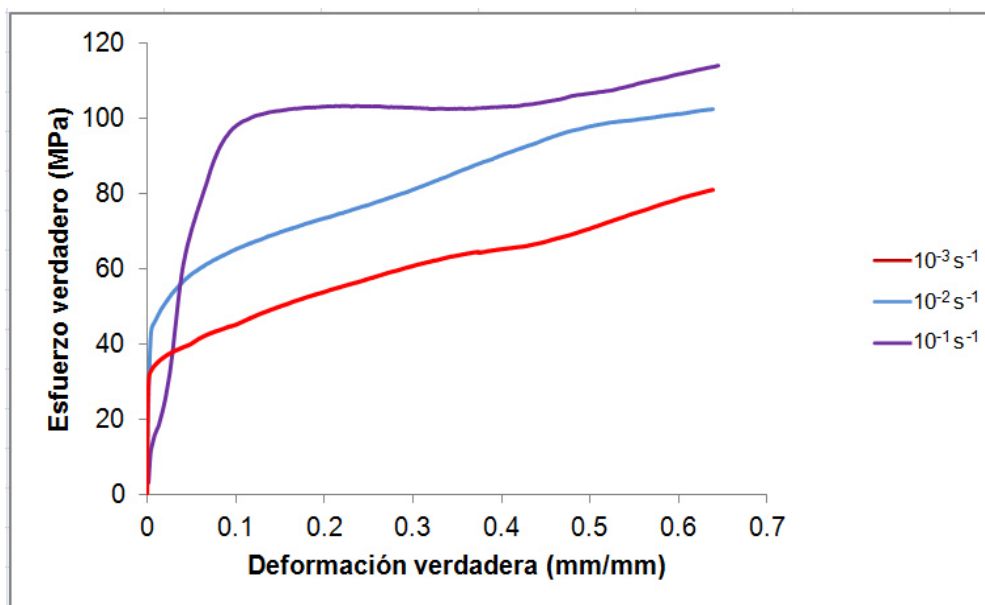


Figura C4 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.65.

TABLA C4 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.65.

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s^{-1})	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	(MPa)
10^{-1}	1100	114
10^{-2}		103
10^{-3}		81

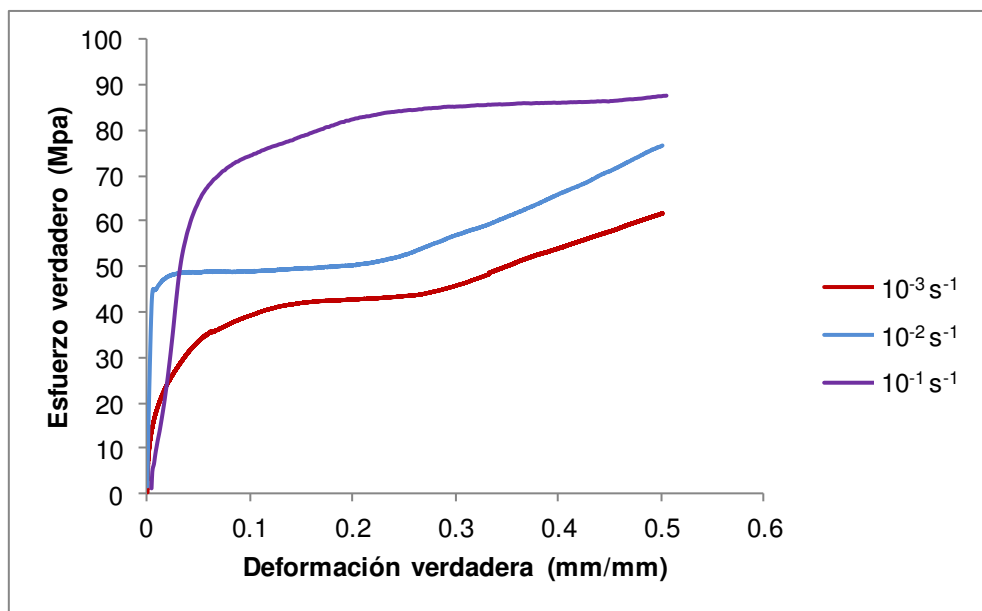


Figura C5 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.5.

TABLA C5 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.5.

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s^{-1})	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	(MPa)
10^{-1}	1100	88
10^{-2}		77
10^{-3}		62

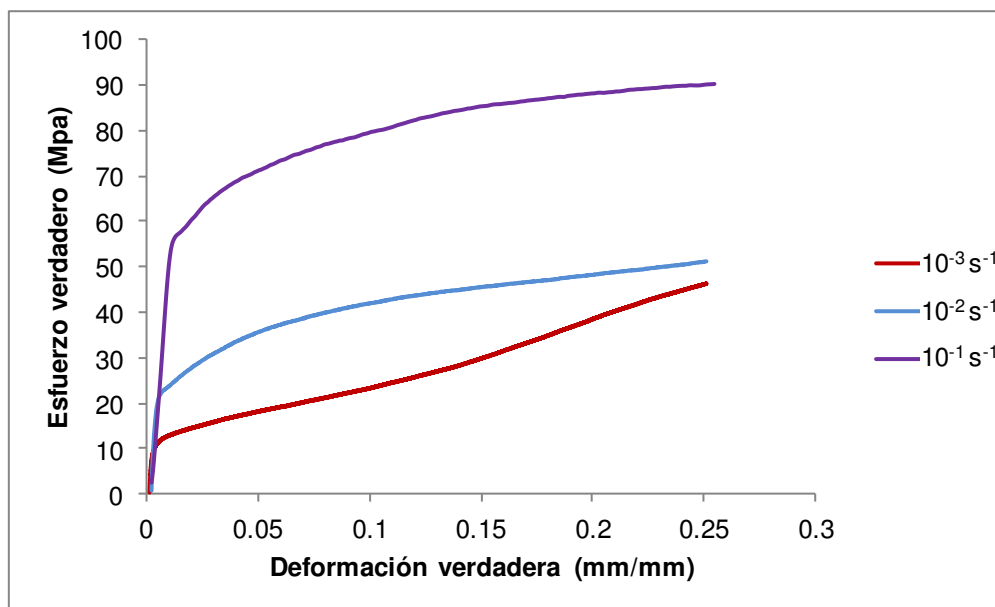


Figura C6 Ensayos de compresión en caliente a una temperatura de 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s^{-1} y con deformación de 0.25.

TABLA C6 Esfuerzo máximo de las probetas deformadas a una temperatura de 1100°C y con deformación de 0.25.

CONDICIONES DE DEFORMACIÓN		ESFUERZO MÁXIMO
Velocidad (s^{-1})	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	(MPa)
10^{-1}	1100	90
10^{-2}		51
10^{-3}		46

APÉNDICE D

TABLA D1 Nomenclatura de las muestras para los ensayos de compresión en caliente.

Temperatura de deformación (°C)	Deformación verdadera (%)	Velocidad de deformación (1/s)	Nomenclatura
900	65	10^{-3}	A1
		10^{-2}	B1
		10^{-1}	C1
950	65	10^{-3}	A2
		10^{-2}	B2
		10^{-1}	C2
1000	65	10^{-3}	A3
		10^{-2}	B3
		10^{-1}	C3
1050	65	10^{-3}	A4
		10^{-2}	B4
		10^{-1}	C4
1100	65	10^{-3}	A5
	50		A6
	25		A7
	65	10^{-2}	B5
	50		B6
	25		B7
	65	10^{-1}	C5
	50		C6
	25		C7

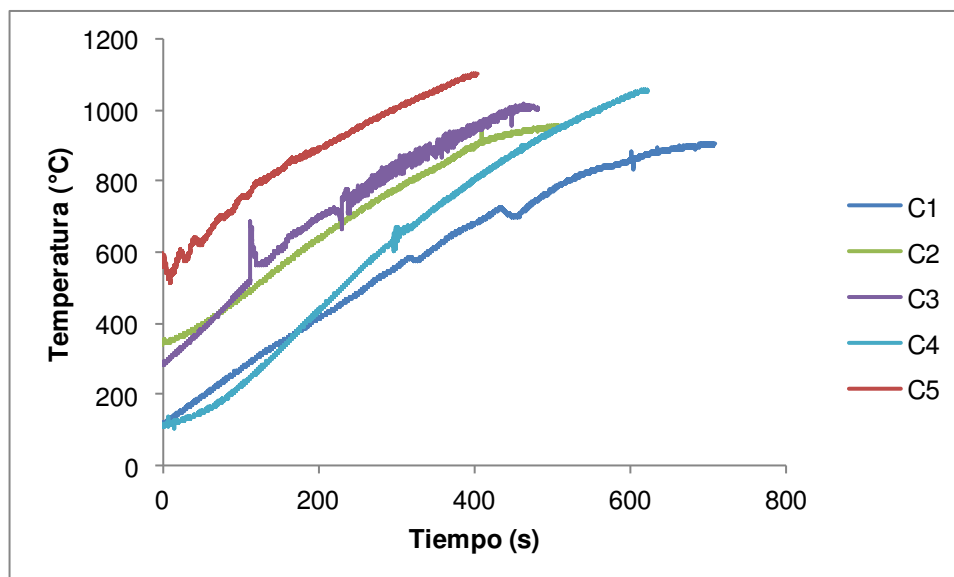


Figura D1 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} .

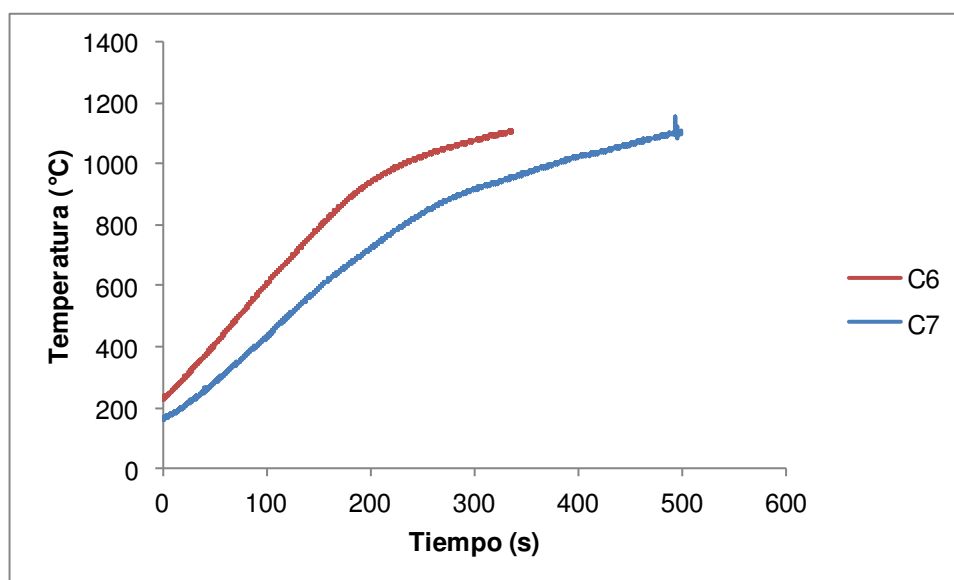


Figura D2 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C, con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} .

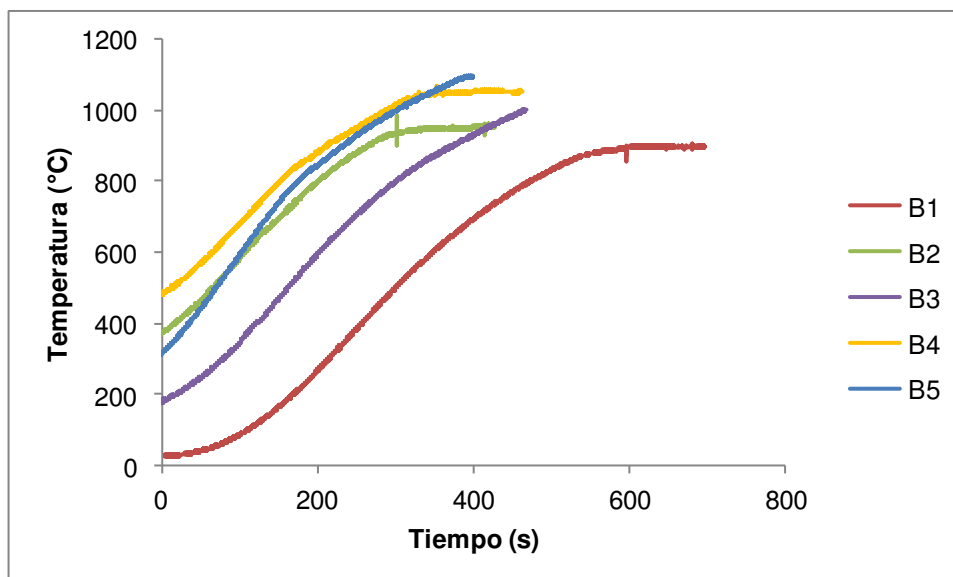


Figura D3 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} .

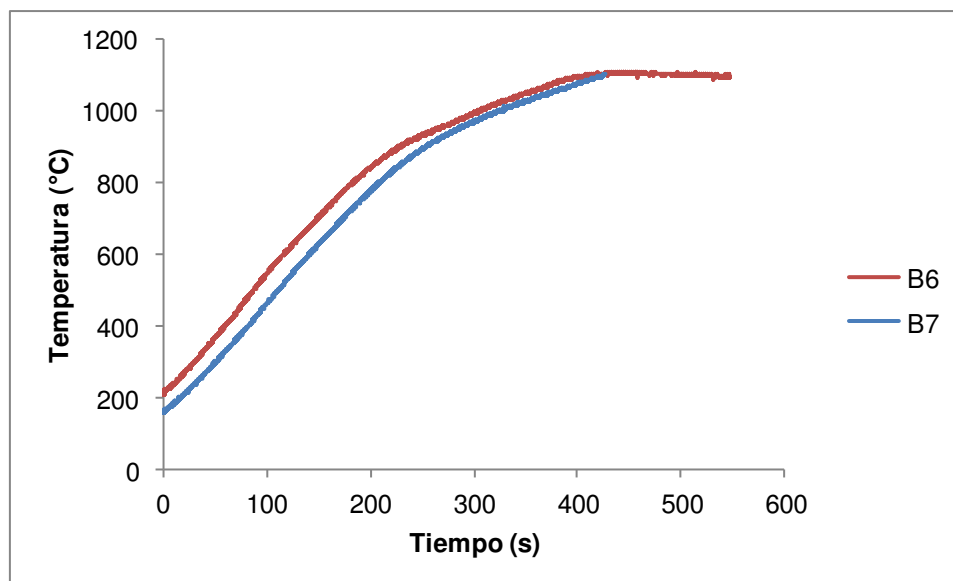


Figura D4 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C, con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} .

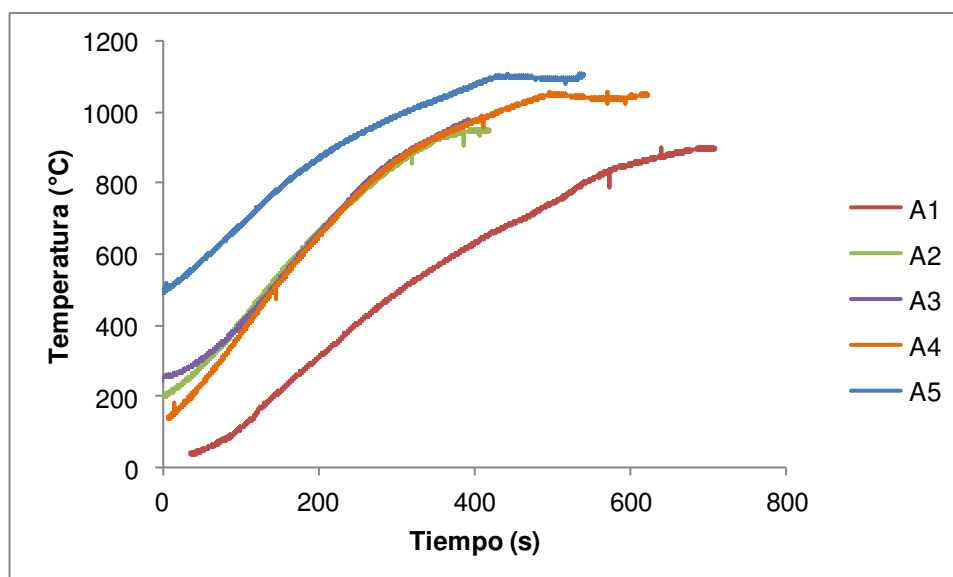


Figura D5 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión con deformación de 0.65 y a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} .

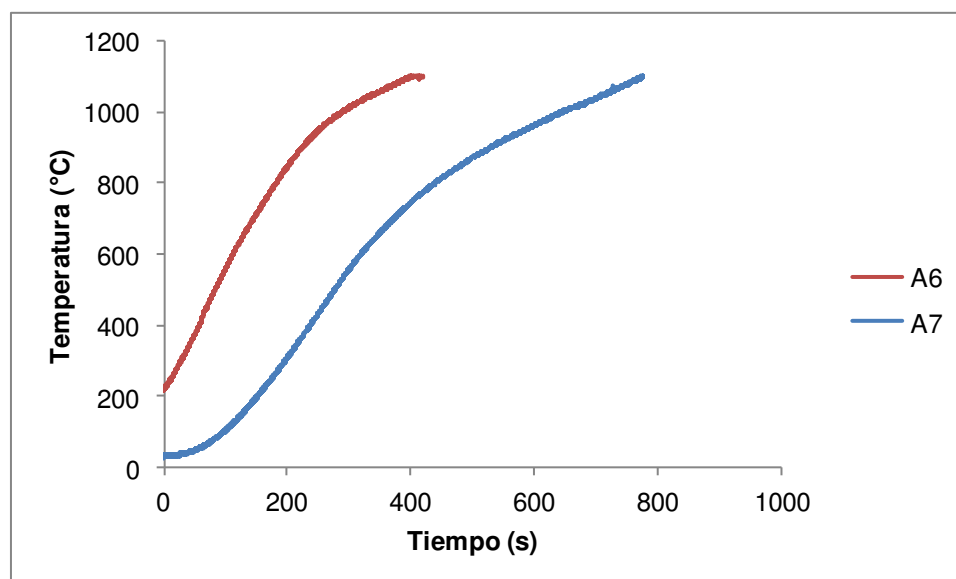


Figura D6 Curvas de calentamiento de los ensayos de compresión a una temperatura de 1100°C , con deformaciones de 0.25 y 0.5 y a una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} .